



Faculté de génie
Département de génie civil

ÉTUDE DE L'AUTOCICATRISATION DE MORTIERS CONTENANT DES ADDITIONS REACTIVES

Thèse de doctorat
Spécialité : Génie Civil

Salma FATTAHI

Jury : Richard GAGNE (directeur)
 Arezki TAGNIT-HAMOU (co-directeur)
 Radhouane MASMOUDI (rapporteur)
 David CONCIATORI (évaluateur)
 Zoubeir LAFHAJ (évaluateur)

À mes parents

RÉSUMÉ

Les objectifs de cette thèse sont de mieux comprendre le phénomène d'autocicatrisation naturelle et d'initier une démarche en vue de proposer des approches technologiques pratiques, fiables et peu coûteuses qui permettront d'optimiser et de favoriser le potentiel d'autocicatrisation des bétons et des matériaux cimentaires en général. Les approches proposées consistent à introduire, dans les formulations des matériaux cimentaires, des réactifs internes latents qui permettront d'augmenter le potentiel d'autocicatrisation par différents mécanismes. Trois types de réactifs sont étudiés; des ajouts cimentaires riches en chaux libre, des ajouts granulés riches en ciment anhydre et/ou en chaux libre et des micro-granulats de verre riches en silice amorphe. L'ajout des ajouts cimentaire et des granulés visent à augmenter le potentiel d'autocicatrisation par carbonatation. L'ajout des micro-granulats de verre a pour objectif de créer, dans les fissures un gel silico-calcaire alcalin expansif. Il en ressort que l'augmentation de la teneur en portlandite de la matrice en ajoutant de réactifs riches en chaux libre augmente considérablement le potentiel d'autocicatrisation de fissures larges ($>200\text{ }\mu\text{m}$). L'ajout de granulés faiblement hydratés à base de ciment ou de ciment avec agent expansif à base de chaux libre confère aux mortiers une capacité de cicatrisation accrue. La formation de gel expansif dans les fissures suite à l'activation de la réaction alcali-silice des micro-granulats de verre ne confère pas à la matrice cimentaire un fort potentiel d'autocicatrisation entre 0 et 12 mois.

Mots-clés : Matériaux cimentaires, autocicatrisation, chaux libre, portlandite, granulés, réaction alcali-silice.

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je tiens à remercier chaleureusement mes directeurs de thèse Richard Gagné et Arezki Tagnit-Hamou. Je tiens à leur exprimer ma reconnaissance pour leurs conseils et le soutien qu'ils m'ont accordés durant ce travail. Leur patience, leur disponibilité et leur grande compétence m'ont aidé à surmonter les obstacles tout au long de la thèse. Messieurs, j'ai pris beaucoup de plaisir à travailler avec vous.

Grand merci à tous les étudiants, les techniciens et le personnel du groupe de béton et du département de Génie Civil à l'Université de Sherbrooke. Ils ont su créer une atmosphère propice au travail tout en maintenant une ambiance détendue et très conviviale. Un merci particulier à mes collègues du bureau.

Pour finir, un gros merci à mes amies Siwar, Sabrina et Sihem pour leur présence, leurs encouragements et pour leur rôle dans le bon avancement de cette thèse.

Je tiens également à dire un immense merci à ma famille qui m'a toujours soutenue dans mes choix personnels, y compris mes choix d'études. Merci à tous!

SOMMAIRE

Résumé	i
Remerciements	ii
Sommaire	iii
Liste des figures	viii
Liste des tableaux	xvi
Chapitre 1 Introduction	1
1.1 Généralités et problématique	1
1.2 Définition du sujet de recherche et objectifs	4
1.3 Portée	5
Chapitre 2 L'autocicatrisation des matériaux cimentaires	6
2.1 Définition de l'autocicatrisation : Mécanismes, cinétiques et paramètres d'influence	6
2.1.1 Mécanismes d'autocicatrisation	6
2.1.2 Cinétique de l'autocicatrisation naturelle et paramètres d'influence	18
2.2 Etude de l'autocicatrisation : Approches expérimentales	29
2.2.1 Choix et définition des paramètres liés à la formulation et la forme des éprouvettes d'étude	30
2.2.2 Fissuration de l'échantillon	31
2.2.3 Cure après fissuration	31
2.2.4 Suivi de l'autocicatrisation	31
2.3 Effets de l'autocicatrisation sur les propriétés de transport et la durabilité	34
2.3.1 Perméabilité à l'eau	34
2.3.2 Perméabilité à l'air	37
2.3.3 Diffusion des ions chlore	40
2.4 Recouvrement des propriétés mécaniques après autocicatrisation	42
2.4.1 Récupération après des cycles de gel-dégel	42
2.4.2 Récupération après pré-chargement excessif	43
2.5 Développement des bétons autocicatrisants	45
2.5.1 La biocicatrisation	47

2.5.2	Fibres.....	54
2.5.3	Agents de cicatrisation encapsulés.....	56
2.5.4	Réactifs internes.....	58
2.6	Conclusions	65
Chapitre 3	Objectifs de la thèse et démarche expérimentale.....	68
3.1	Objectif global.....	68
3.2	Objectifs spécifiques	69
3.3	Programme expérimental	73
3.3.1	Programme expérimental de la Phase I.....	73
3.3.2	Programme expérimental de la Phase II	76
3.3.3	Programme expérimental de la phase III :	79
3.3.4	Programme expérimental de la phase IV :	83
3.4	Procédures expérimentales	88
3.4.1	Etude de l'autocicatrisation par suivi des variations de débit d'air dans les fissures	88
3.4.2	Microscopie électronique à balayage.....	94
3.4.3	Teneur en CaO libre.....	95
3.4.4	Analyses thermogravimétriques et calcul des teneurs en hydrates	97
Chapitre 4	Matériaux	105
4.1	Ciment	105
4.2	Sable	105
4.3	Inclusions réactives riches en oxyde calcium.....	106
4.3.1	Oxyde de calcium : Caractéristiques physico-chimiques et réactivité.....	106
4.3.2	Agent d'expansion interne à base d'oxyde de calcium.....	106
4.3.3	Cendres volantes de Kruger	113
4.4	Inclusions réactives à base de silice amorphe : Micro-granulats de verre	120
4.4.1	Généralités	120
4.4.2	Réaction alcali-silice	122
4.4.3	Réaction pouzzolanique	124
4.4.4	Comportement du verre dans les matrices cimentaires.....	125

4.4.5 Origine du verre et préparation des différentes classes granulaires de l'étude.....	127
4.5 Inclusions réactives granulées	130
4.5.1 Généralités sur la granulation	130
4.5.2 Granulation du ciment au laboratoire de génie civil de l'UDES	135
4.5.3 Billes de liant utilisées dans les mortiers étudiés.....	139
Chapitre 5 Résultats de la phase I : étude de l'autocicatrisation naturelle et des paramètres d'influence	141
5.1 Résultats des essais d'autocicatrisation : Évolution des ouvertures apparentes des fissures avec le temps d'autocicatrisation.....	141
5.1.1 Cinétiques d'autocicatrisation naturelle du mortier témoin (Control).....	142
5.1.2 Cinétiques d'autocicatrisation des mortiers M350 et M485	143
5.1.3 Microscopie des produits de cicatrisation.....	146
5.2 Résultats des essais de caractérisation thermique des mortiers : teneur en ciment anhydre et en portlandite	148
5.3 Discussion des résultats du premier programme expérimental : Étude de l'effet de la teneur en ciment anhydre et en portlandite sur la cicatrisation naturelle des mortiers fissurés	150
5.4 Conclusions des résultats du premier programme expérimental : Étude de l'effet de la teneur en ciment anhydre et en portlandite sur la cicatrisation naturelle des mortiers fissurés	157
Chapitre 6 Résultats de la phase II : étude de l'effet de la teneur en portlandite sur la cicatrisation naturelle des mortiers fissurés.....	159
6.1 Résultats des essais d'autocicatrisation : Évolution des ouvertures apparentes des fissures avec le temps d'autocicatrisation.....	159
6.1.1 Cinétique d'autocicatrisation des mortiers.....	162
6.1.2 Microstructure des produits d'autocicatrisation des fissures des mortiers avec inclusion réactives riches en chaux libre	167
6.2 Teneur en portlandite à 28 jours des mortiers	172
6.3 Discussion de la phase II: Effet de la teneur en portlandite sur la cicatrisation des mortiers fissurés	175
6.4 Conclusions sur les résultats de la phase II : Effet de la teneur en portlandite sur la cicatrisation des mortiers fissurés.....	180

Chapitre 7	Résultats de la phase III : étude de l'effet des inclusions réactives en billes à base de ciment faiblement hydraté et/ou de cao libre sur la capacité d'autocicatrisation des mortiers.....	182
7.1	Résultats des essais d'autocicatrisation des mortiers de la phase III	183
7.1.1	Cinétique d'autocicatrisation des mortiers.....	185
7.1.2	Microstructure des produits d'autocicatrisation des fissures des mortiers avec les billes de réactifs	192
7.2	Discussion des résultats du la phase III : Effet de l'introduction de billes de réactif sur la cinétique et le potentiel d'autocicatrisation.....	199
7.3	Conclusions sur les résultats de la phase III: Effet de l'introduction de billes de réactif sur la cinétique et le potentiel d'autocicatrisation	203
Chapitre 8	Résultats de la phase IV : étude de l'effet des micro-granulats de verre réactifs sur le potentiel d'autocicatrisation des mortiers fissurés	204
8.1	Résultats des essais d'autocicatrisation des mortiers de la phase IV	206
8.1.1	Résultats des essais d'autocicatrisation des mortiers de la Phase IV-I : Effet de l'ajout des micro-granulats de verre	207
8.1.2	Résultats des essais d'autocicatrisation des mortiers de la Phase IV-II : Effet de l'ajout des micro-granulats de verre activés par NaOH	212
8.1.3	Résultats des essais d'autocicatrisation des mortiers de la Phase IV-III : Effet de l'ajout des micro-granulats de verre activés par ajout de l'agent expansif à base de chaux libre.....	223
8.2	Discussion des résultats de la phase VI : Effet de l'introduction de l'ajout de micro-granulats de verre sur la cinétique et le potentiel d'autocicatrisation.....	231
8.3	Conclusions de la phase VI : Effet de l'introduction de l'ajout de micro-granulats de verre sur la cinétique et le potentiel d'autocicatrisation	238
Chapitre 9	Conclusions et perspectives	240
9.1	Phase I : Étude de l'autocicatrisation naturelle et des paramètres d'influence	241
9.2	Phase II : Effets de l'ajout de réactifs en poudre avec différentes teneurs en chaux libre	242
9.3	Phase III : Effets de l'ajout de réactifs granulé à base de ciment et / ou chaux libre sur le potentiel d'autocicatrisation	243
9.4	Phase IV : Effets de l'ajout de micro-granulats de verre sur le potentiel d'autocicatrisation	245

Annexe A	Corrélation entre les mesures optiques et les valeurs calculées des ouvertures initiales des fissures	247
Bibliographie	251

LISTE DES FIGURES

Figure 2-1. Mécanismes d'autocicatrisation (de Rooij et al. 2013)	7
Figure 2-2. Processus de formation de la calcite selon la source des ions Ca^{2+} (Edvardsen 1999)	8
Figure 2-3. Fractions molaires des espèces H_2CO_3 , HCO_3^- et CO_3^{2-} à l'équilibre en fonction du pH (Thiery 2005).....	11
Figure 2-4. Changement du temps de transmission des ondes ultrasonores après traitements des fissures, A : profondeur de la fissure = 10 mm, , A : profondeur de la fissure = 20 mm (Van Tittelboom et al. 2010)	14
Figure 2-5. Degré d'hydratation déterminé par analyse d'image MEB et par perte au feu pour des pâtes de ciment CPA-CEM I âgées de deux ans et de différents rapports E/C (LCPC. 2002).....	15
Figure 2-6. Processus d'autocicatrisation d'un béton autocicatrisant contenant un géopolymère expansif (Ahn and Kishi 2010)	17
Figure 2-7. Relation entre le taux de recouvrement de résistance à la tension et l'élongation résiduelle (Homma et al. 2009).....	21
Figure 2-8. Effet de la température sur la perméabilité à l'eau pour une fissure de 0,05 mm (Reinhardt and Jooss 2003).....	22
Figure 2-9. Ouvertures apparentes relatives en fonction du rapport E/C, du temps et de l'ouverture initiale de la fissure, pour une fissuration à 28 jours et des mesures à 0, 1, 3 et 5 mois (Argouges et Gagné 2010).....	23
Figure 2-10. Instrument de traction uniaxiale combiné au un instrument de mesure de perméabilité (Desmettre 2011).....	25
Figure 2-11. Perméabilité des échantillons sous chargement statique (Desmettre 2011).....	25
Figure 2-12. Schématisation de la procédure de chargement cyclique (Desmettre 2011).....	26
Figure 2-13. Perméabilité sous un chargement constant [Desmettre, 2011].	27
Figure 2-14. Evolution de la perméabilité à l'eau sous chargement cyclique. a) béton ordinaire. b) béton renforcé par de fibres (Desmettre 2011).....	27
Figure 2-15. Relation entre le degré d'endommagement D et le taux de cicatrisation H (Zhong et Yao 2008)	29
Figure 2-16. Variation de la perméabilité à l'eau avec le chargement et l'ouverture des fissures (Desmettre 2011)	35
Figure 2-17. Perméabilité sous un chargement constant (NSC : béton, FRC : béton renforcé par des fibres) (Desmettre 2011).....	36
Figure 2-18. Baisse de la perméabilité par effet d'autocicatrisation d'un béton à haute performance fissuré (Reinhardt and Jooss 2003).	37
Figure 2-19. Dispositif de mesure du débit d'air (Argouges and Gagné 2010).....	37

Figure 2-20. Relation entre le débit expérimental et l'ouverture initiale d'une fissure	38
Figure 2-21. Évolution de l'ouverture apparente en fonction du temps, du rapport E/C et de l'ouverture initiale de la fissure (Argouges and Gagné 2010)	39
Figure 2-22. Évolution de la résistance et de la perméabilité aux ions chlore avec l'autocicatrisation, a) après fissuration, b) après 15 jours d'autocicatrisation, c) après 30 jours d'autocicatrisation (Sahmaran et al. 2008).....	40
Figure 2-23. Effet de la fissuration et de l'autocicatrisation sur la migration des ions chlore (Jacobsen, Marchand, and Boisvert 1996).	42
Figure 2-24. Aspect visuel des fissures cicatrisées par <i>Bacillus sphaericus</i> immobilisée dans le gel de silice ; gauche : surface, droite : coupe longitudinale.....	48
Figure 2-25. Images stériomicroscopiques de fissures cicatrisées ; échantillon témoin avant (a) et après (c) cicatrisation, échantillon contenant les bactéries avant (b) et après (d) cicatrisation (Wiktor and Jonkers 2011)	50
Figure 2-26. L'aspect visuel des fissures des échantillons contenant la terre diatomée sans bactéries : (a) conservé dans l'eau et (b) conservé dans la solution (urée +Ca(NO ₃)), et des fissures des échantillons contenant la terre diatomée avec les bactéries : (c) conservé dans l'eau et (d) conservé dans la solution (urée +Ca(NO ₃)) (J. Y. Wang, De Belie, and Verstraete 2012).....	51
Figure 2-27. Variations de l'absorption de l'eau en fonction de temps des échantillons avec terre diatomée cicatrisés (J. Y. Wang, De Belie, and Verstraete 2012)	52
Figure 2-28. Tubes contenant les bactéries avec ; à gauche du gel de silice, à droite avec du polyuréthane (J. Wang et al. 2012).	53
Figure 2-29. Aspect visuel des microcapsules de mélamine contenant les bactéries (J. Y. Wang et al. 2014)	53
Figure 2-30. Fibres en PE (gauche) et fibres en acier (droite).....	55
Figure 2-31. Observation au microscope de la précipitation des produits de colmatage en fonction de temps (Homma, Mihashi, and Nishiwaki 2009).....	56
Figure 2-32. Visualisation des tubes qui passent à travers une fissure (Van Tittelboom et al. 2011).	57
Figure 2-33. Évolution de la résistance à la compression et de la perméabilité aux ions chlore : (a) après fissuration, (b) après 15 jours de conservation dans l'eau, (c) après 30 jours de conservation dans l'eau (Sahmaran et al., 2008).....	59
Figure 2-34. Évolution des pores de gel, des pores capillaires et des macro-pores des pâtes (Termkhajornkit et al. 2009).	60

Figure 2-35. Processus d'autocicatrisation d'un béton autocicatrisant contenant un géopolymère expansif (Ahn and Kishi 2010)	62
Figure 2-36. Relation entre le taux d'introduction de laitier et la capacité d'autocicatrisation du béton (Zonghui Zhou et al. 2011).....	63
Figure 2-37. Particules de polymère superabsorbant	64
Figure 2-38. Variation de la perméabilité cumulative des échantillons en pâte de ciment (CP1), en pâte de ciment et de polymère superabsorbant (CP1-xSy, avec x le taux de remplacement %m de ciment et y type de polymère) (de Rooij et al. 2013)	64
Figure 3-1. Influence du diamètre moyen du verre et de la teneur en alcalins des mortiers sur le gonflement. Mortiers conservés à 60°C et pour lesquels 20% de verre ont été utilisés en remplacement du sable inerte [Idir, 2009].....	71
Figure 3-2. Plan expérimental global de la phase I.....	75
Figure 3-3. Plan expérimental global de la phase II	78
Figure 3-4. Plan expérimental global de la phase III	83
Figure 3-5. Plan expérimental global de la phase IV.....	87
Figure 3-6. Dimensions des éprouvettes de mortier	88
Figure 3-7. Anneau en acier fixé sur le moule en PVC	89
Figure 3-8. Dispositif de fissuration	90
Figure 3-9. Dispositif de mesure des ouvertures initiales des fissures	90
Figure 3-10. Échantillon fissuré recouvert par un papier aluminium autocollant	91
Figure 3-11. Cellule de mesure de débit d'air.....	91
Figure 3-12. Dispositif de mesure de débit d'air	92
Figure 3-13. Relation entre le débit expérimental et l'ouverture initiale d'une fissure	93
Figure 3-14. Préparation des surfaces des fissures à observer au MEB	95
Figure 3-15. Procédure d'extraction de la chaux libre.....	96
Figure 3-16. Courbes ATG et ATD d'une pâte de ciment contenant 10% d'un agent d'expansion interne à l'âge de 28 jours.....	99
Figure 3-17. Méthode de la tangente pour le calcul de la perte de masse liée à la dégradation de la portlandite et de la calcite	101
Figure 4-1. Fissuration due aux retraits empêchés.....	108
Figure 4-2. Représentation schématisée des variations de longueur d'un béton ordinaire et d'un béton à retrait empêché (d'après ACI 223-93 1994).....	109
Figure 4-3. Mesure de retrait avec une corde vibrante. [Lessard et Gagné, 2009]	111
Figure 4-4. Gonflement apparent (Mélange avec 20% CVK 4 et Viscocrete 2100, E/L=0,4) (Roby 2011)	116
Figure 4-5. Variations d'allongement des éprouvettes, cure humide, E/L = 0,40 [Faubert, 2008].	117
Figure 4-6. Variations d'allongement des éprouvettes, cure humide, E/L = 0,55 [Faubert, 2008].	118

Figure 4-7. a) structure de la silice cristallisée (cristobalite). b) structure de la silice vitreuse. [Idir, 2009]	121
Figure 4-8. Poudre de verre recyclé (Tricentris 2012).	122
Figure 4-9. Quantités de chaux consommées par les différents matériaux [Idir, 2009].	126
Figure 4-10. Morphologie des produits formes par la réaction d'une poudre de verre (finesse de 540 m ² /kg) dans une solution de KOH et de Ca(OH) ₂ (129 jours a 60°C) (Idir et al. 2011)	127
Figure 4-11. Distributions granulométriques du sable de verre utilisé.	128
Figure 4-12. Procédé de granulation des particules en lit fluidisé (Barkouti 2013)	132
Figure 4-13. Mélangeur à fort taux de cisaillement horizontal (Bouillon - Camara 2005)	133
Figure 4-14. Mélangeur à fort taux de cisaillement vertical (Bouillon - Camara 2005)	133
Figure 4-15. Plateau tournant ou assiette granulatrice (Gupsos 2015)	133
Figure 4-16. Le procédé d'agglomération (Barkouti 2013)	135
Figure 4-17. Malaxeur utilisé pour la fabrication des billes de ciment	136
Figure 4-18. Flacon pulvérisateur manuel	136
Figure 4-19. Procédé de fabrication des billes de liant faiblement hydraté	138
Figure 4-20. Formation de billes de liant dans le malaxeur	138
Figure 4-21. Classes des billes de liant utilisées pour l'étude du potentiel d'autocicatrisation	139
Figure 5-1. Evolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier Control fissuré à 28 jours	143
Figure 5-2. Evolution, avec le temps, des ouvertures apparentes des fissures des mortiers M485 (a) et M350 (b) fissurés à trois jours	144
Figure 5-3. Evolution dans le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers M485 (a) et (b) M350 fissurés à sept jours	145
Figure 5-4. Épaisseurs apparentes moyennes des produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers de la phase I après 12 mois d'autocicatrisation	146
Figure 5-5. Couches de cristaux de carbonates de calcium observés au microscope électronique à balayage sur les surfaces des fissures cicatrisées des mortiers Control, M485 et M350.	147
Figure 5-6. Aiguilles d'ettringite observées au microscope électronique à balayage sur les surfaces des fissures cicatrisées des mortiers Control, M485 et M350	148
Figure 5-7. Évolution avec le temps de la teneur en ciment anhydre et en portlandite des mortiers M485 et M350.	151
Figure 5-8. Cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures du mortier M485 fissuré à 3, 7 et 28 jours et du mortier M350 fissuré à 3 et 7 jours.	152

Figure 5-9. Épaisseur moyenne de cicatrisation en fonction de la teneur en ciment anhydre au moment de la fissuration.....	154
Figure 5-10. Épaisseur moyenne de cicatrisation en fonction de la teneur en portlandite au moment de la fissuration	155
Figure 5-11. Phases de l'autocicatrisation naturelle	156
Figure 6-1. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10EA fissuré à 28 jours.	162
Figure 6-2. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10KFA9 fissuré à 28 jours.....	164
Figure 6-3. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10KFA17 fissuré à 28 jours.....	165
Figure 6-4. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30KFA17 fissuré à 28 jours.....	166
Figure 6-5. Calcite dans une fissure CONEX (au voisinage des faces exposées à l'environnement externe)	168
Figure 6-6. Mélange de calcite et ettringite dans une fissure CONEX (vers le centre de la fissure)	168
Figure 6-7. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 10KFA9	169
Figure 6-8. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 10KFA17	169
Figure 6-9. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 30KFA17	170
Figure 6-10. Mélange de calcite et d'ettringite observé au MEB dans les fissures cicatrisées du mortier 30KFA17	171
Figure 6-11. Cinétique de formation de produits de cicatrisation dans les fissures du mortier 10EA fissuré à l'âge de 28 jours.....	176
Figure 6-12. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10KFA9 et 10KFA17 fissurés à l'âge de 28 jours	177
Figure 6-13. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10KFA17 et 30KFA17 fissurés à l'âge de 28 jours	178
Figure 6-14. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10EA et 30KFA17 fissurés à l'âge de 28 jours	179
Figure 6-15. Épaisseur apparente de cicatrisation en fonction de la teneur en portlandite au moment de la fissuration pour différents termes d'autocicatrisation.	181
Figure 7-1. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers 10CB1.25 et 30CB1.25 fissurés à 28 jours.....	185
Figure 7-2. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers 10 CB2.5 et 30CB2.5 fissurés à 28 jours	187

Figure 7-3.	Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers 10 CEAB1.25 et 30CEAB1.25 fissurés à 28 jours	189
Figure 7-4.	Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers 10 CEAB2.5 et 30EACB2.5 fissurés à 28 jours	190
Figure 7-5.	Évolution dans le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers 10 10KFAB et 30KFAB fissurés à 28 jours	191
Figure 7-6.	Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec billes de ciment.	193
Figure 7-7.	Formations de calcite en relief observées au MEB dans les fissures cicatrisées des mortiers avec des billes de ciment.....	194
Figure 7-8.	Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec billes de ciment et agent expansif.	195
Figure 7-9.	Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec billes de ciment et agent expansif.	196
Figure 7-10.	Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec billes de ciment avec agent expansif- Étringite.	197
Figure 7-11.	Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec les billes de cendres volantes de biomasse (KFAB).....	198
Figure 7-12.	Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec les billes de cendres volantes de biomasse (KFAB).....	198
Figure 7-13.	Cinétique d'évolution de l'épaisseur apparente de cicatrisation des mortiers de la phase III.	200
Figure 7-14.	Cinétique d'évolution des taux apparents de cicatrisation des mortiers de la phase III.	201
Figure 8-1.	Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10MGV160 fissuré à 28 jours.	207
Figure 8-2.	Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10MGV315 fissuré à 28 jours	208
Figure 8-3.	Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10MGV630 fissuré à 28 jours	209
Figure 8-4.	Observations MEB des mortiers contenant des micro-granulats de verre fissurés et cicatrisés.....	211
Figure 8-5.	Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier Control-S fissuré à 28 jours.....	212
Figure 8-6.	Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV160-S fissuré à 28 jours.....	213
Figure 8-7.	Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV630-S fissuré à 28 jours.....	214
Figure 8-8.	Cristaux de calcite observés au MEB sur la surface d'une fissure cicatrisée du mortier Control-S	215
Figure 8-9.	Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 30MGV160-S	217

Figure 8-10. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 30MGV630-S	219
Figure 8-11. Analyse EDS du gel expansif observé dans les fissures du mortier 30MGV160-S.....	220
Figure 8-12. Observations au MEB des granulats de verre à l'intérieur des mortiers 30MGV160-S et 30MGV630-S après les 12 mois de conservation dans la chambre humide.	221
Figure 8-13. Observations au MEB des granulats de verre à l'intérieur des mortiers 30MGV160-S et 30MGV630-S après les 12 mois de conservation dans la chambre humide.	222
Figure 8-14. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV160-EA fissuré à 28 jours.....	223
Figure 8-15. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV630-EA fissuré à 28 jours.....	224
Figure 8-16. Cristaux de calcite observés au MEB sur les surfaces des fissures cicatrisées des mortiers contenant des MGVS avec ajout de l'agent expansif EA.	226
Figure 8-17. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 30MGV160-EA.....	227
Figure 8-18. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 30MGV630-EA.....	228
Figure 8-19. Analyse EDS du gel expansif observé dans les fissures du mortier 30MGV160-S.....	229
Figure 8-20. Exemple d'un gel alcali-silice observé au MEB par Idir(2009) et de l'analyse EDS lui correspondant.....	229
Figure 8-21. Ettringite secondaire observée au MEB à proximité du plan de fissuration d'une fissure du mortier 30MGV160-EA.	230
Figure 8-22. Cinétique de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10MGV160, 10MGV315et 10MGV630.....	232
Figure 8-23. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10MGV160, 30MGV160-Set 30MGV160-EA.....	234
Figure 8-24. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10MGV160, 30MGV160-Set 30MGV160-EA.....	235
Figure 8-25. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers Control et Control-S.....	236
Figure 8-26. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers contenant l'agent expansif (EA).	237

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2-1.	Caractéristiques des bétons étudiés par Jacobson et Sellevold. (1996)	42
Tableau 2-2.	Variations des fréquences de résonance des bétons soumis aux cycles de gel/dégel et cicatrisés étudiés par Jacobson et Sellevold. (1996).....	43
Tableau 2-3.	Variation des résistances à la compression des bétons étudiés par par Jacobson et Sellevold. (1996)	43
Tableau 2-4.	Composantes du processus de recouvrement des performances des matériaux cimentaires	46
Tableau 2-5.	Composition du mortier contenant les granulats d'argile poreux imbibés de solution bactérienne [Wiktor et Jonkers, 2011]	49
Tableau 3-1.	Formulation du mortier témoin (Control)	74
Tableau 3-2.	Formulation des mortiers M485 et M350	75
Tableau 3-3.	Formulations des mortiers de la phase II	78
Tableau 3-4.	Formulations des mortiers de la phase III.1	80
Tableau 3-5.	Formulations des mortiers de la phase III.2.....	81
Tableau 3-6.	Formulations des mortiers de la phase III.3.....	82
Tableau 3-7.	Formulations des mortiers de la phase IV.1.....	84
Tableau 3-8.	Formulations des mortiers de la phase IV.2.....	85
Tableau 3-9.	Formulations des mortiers de la phase IV.3.....	86
Tableau 3-10.	Plages de décomposition thermique des espèces chimiques susceptibles d'être présentes dans un matériau cimentaire (Hall et al. 1996; Morandeau 2014; Popic 2010).....	100
Tableau 4-1.	Caractéristiques physico-chimiques du ciment.....	105
Tableau 4-2.	Composition en oxydes du CONEX	112
Tableau 4-3.	Exigences chimiques pour les ajouts cimentaires normalisés.....	114
Tableau 4-4.	Exigences physiques pour les ajouts cimentaires normalisés	114
Tableau 4-5.	Caractéristiques chimiques et physiques des CVK (Roby 2011)	115
Tableau 4-6.	Formulations des bétons (Faubert 2008).....	116
Tableau 4-7.	Caractéristiques chimiques et physiques des Cendres volantes de Kruger utilisées dans le projet.....	119
Tableau 4-8.	Classes de sables de verre utilisé	128
Tableau 4-9.	Composition chimique du verre.....	129
Tableau 4-10.	Caractéristiques des billes utilisées dans le projet	140
Tableau5-1.	Résultats des essais de mesure de débit d'air et des ouvertures apparentes calculées des fissures.	142
Tableau5-2.	Résultats des essais de caractérisation thermique des mortiers M485 et M350 à 3, 7 et 28 jours d'hydratation.....	149
Tableau5-3.	Épaisseurs moyennes de produits formés le premier mois de cicatrisation	152

Tableau 6-1.	Résultats des essais de mesure de débit d'air et des ouvertures apparentes calculées des fissures des mortiers du deuxième programme expérimental.....	161
Tableau 6-2.	Taux de cicatrisation du mortier 10EA.....	163
Tableau 6-3.	Taux de cicatrisation du mortier 10KFA9	164
Tableau 6-4.	Taux de cicatrisation du mortier 10KFA17	166
Tableau 6-5.	Taux de cicatrisation du mortier 30KFA17.	167
Tableau 6-6.	Teneur en portlandite à 28 jours des mortiers de la phase II	172
Tableau 6-7.	Teneur en CaO libre des inclusions réactives	173
Tableau 6-8.	Apport en portlandite des inclusions introduites dans les mortiers du deuxième programme expérimental.....	175
Tableau 7-1.	Résultats des essais de mesure de débit d'air et des ouvertures apparentes calculées des fissures des mortiers de la phase III du projet.	184
Tableau 7-2.	Épaisseurs apparentes et taux apparents de cicatrisation des mortiers avec les billes de ciment CB1.25 et CB2.5	186
Tableau 7-3.	Épaisseurs apparentes et taux apparents de cicatrisation des mortiers avec les billes de ciment CEAB1.25 et CEAB2.5	188
Tableau 7-4.	Épaisseurs apparentes et taux apparents de cicatrisation des mortiers avec les billes de cendres volantes de biomasse	192
Tableau 7-5.	Teneur en portlandite et calcite des pâtes de ciment témoin et 10% EA à 7 jours.....	202
Tableau 8-1.	Résultats des essais de mesure de débit d'air et des ouvertures apparentes calculées des fissures des mortiers de la phase IV du projet.	206
Tableau 8-2.	Épaisseurs apparentes moyennes et taux apparents moyens de cicatrisation des mortiers avec les micro-granulats de verre	210
Tableau 8-3.	Épaisseurs apparentes et taux apparents de cicatrisation des mortiers immergés dans la solution S[1M] et fissurés à 28 jours	215
Tableau 8-4.	Épaisseurs apparentes moyennes et taux apparents moyens de cicatrisation des mortiers contenant des micro-granulats de verre et l'agent expansif (EA) fissurés à 28 jours	225

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

1.1 Généralités et problématique

Le béton est de loin le matériau de construction le plus utilisé dans le monde. Le ciment est le liant qui, en s'hydratant, forme la matrice qui lie les granulats et donne au béton ses caractéristiques physiques et mécaniques. Plus d'un mètre cube de béton par personne est coulé chaque année. La production d'une tonne de ciment portland libère dans l'atmosphère une tonne de dioxyde de carbone qui provient de la combustion des combustibles et de la calcination du clinker. Considérant la quantité de ciment produite chaque année, la quantité de gaz à effet de serre libérée par l'industrie de ciment est estimée à 7% de la quantité totale produite chaque année. Il devient de ce fait impératif d'optimiser l'utilisation du ciment, et ce en optimisant les structures en béton et en augmentant leur durabilité.

Pour toutes les structures en béton, la question de la durabilité du matériau apparaît comme une donnée essentielle pour assurer le fonctionnement en service et la sécurité des ouvrages. De nombreuses structures en béton armé montrent des problèmes de durabilité (corrosion des aciers d'armatures, attaques chimiques, par les chlorures et les sulfates, détériorations dues à des cycles de gel-dégel, réactions alcali-granulats, carbonatation) avant d'avoir atteint leur durée de vie prévue. La grande majorité de ces détériorations précoces retrouvées sont dues à la pénétration d'eau, d'air et d'agents agressifs au sein du béton. Ils impliquent des coûts considérables de réparation. Aux États-Unis seulement, on estime que les coûts de réparation des structures de béton endommagées par les cycles gel-dégel ou la corrosion des aciers d'armature sont de 16 à 24 milliards de dollars. Chaque année, c'est environ 400 millions de dollars supplémentaires qui s'ajoutent à cette liste. Au Québec, on observe à peu près les

mêmes problèmes, mais à une échelle plus petite. En effet, c'est par centaine qu'on peut compter les structures ou les parties de structures (ponts, ponceaux, viaducs, tabliers de pont et trottoirs, stationnements multiétages) qui doivent être réparées ou reconstruites en raison de leur état avancé de détérioration. Dans la majorité des cas, on pourrait démontrer que les coûts de réparation et d'entretien des structures endommagées en viennent rapidement à dépasser les coûts initiaux de construction. Des coûts sociaux non négligeables associés aux travaux de réhabilitation (fermeture de routes, de ponts, etc.) s'ajoutent également à cette liste.

La perméabilité de la matrice cimentaire est définie comme la capacité à se laisser traverser par un fluide sous un gradient de pression et est donc étroitement liée à la durabilité de la structure. L'étude de la perméabilité des bétons permet donc de fournir des réponses quant à leur durabilité. De nombreux paramètres modifient les propriétés de transport dans le béton armé : le type de béton, l'épaisseur de recouvrement, le type d'armature les efforts extérieurs. Lorsque le béton est non fissuré, il est généralement peu perméable. Néanmoins, la formation des fissures au sein du matériau favorise la pénétration des agents agressifs en leur créant un chemin facile et privilégié, accélérant ainsi les processus de détérioration. La fissuration du béton est inévitable. Il est donc impératif de prévoir des solutions pour limiter l'impact de la fissuration sur la durabilité. Les fissures larges sont généralement traitées par revêtement ou par injection de résine époxyde, résines polyméthacrylate de méthyle, résines polyuréthannes, gel de silice, liant hydraulique modifié par un polymère... Les fissures fines sont difficiles à traiter de l'extérieur. Une solution plus intéressante se présente pour résoudre le problème de colmatage de ce type de fissure. Il s'agit de l'autocicatrisation. Le béton, et les matériaux cimentaires en général, ont la capacité de colmater les fissures fines d'une manière autogène ou avec une légère stimulation externe. La première constatation de ce phénomène a été faite par l'Académie Française des Sciences et elle date de l'année 1836. Des résidus blancs se forment dans les fissures des réservoirs d'eau, des ponceaux et des conduites d'eau. Les études menées ont montré que ces résidus colmatent les fissures et permettent de limiter les problèmes de fuites d'eau. Depuis, ce phénomène retient de plus en plus l'intérêt des chercheurs sur les bétons et les matériaux cimentaires. Les études qui ont été faites pendant les 25 dernières années ont montré que l'autocicatrisation des matrices cimentaires permet, non seulement une reprise, partielle ou totale, de continuité et de solidité

du matériau, mais aussi une amélioration des propriétés de transport et des propriétés mécaniques.

Plusieurs mécanismes physico-chimiques peuvent être à l'origine de l'autocicatrisation d'une fissure dans un matériau cimentaire : formation de carbonate de calcium CaCO_3 (Carbonatation), hydratation du ciment anhydre, blocage de la pénétration d'eau dû à la présence d'impuretés ou de particules de béton, action mécanique de l'expansion du béton. Le mécanisme principal est la carbonatation. La disponibilité des réactifs nécessaires (ions calcium) dans le matériau cimentaire et la présence de l'eau dans la fissure ainsi qu'un apport suffisant de CO_2 sont suffisants pour lancer la formation de CaCO_3 , ce qui permet un colmatage partiel ou total des fissures, diminuant ainsi l'infiltration d'eau et d'agent agressifs dans le béton.

Plusieurs approches expérimentales de caractérisation et de suivi ont été mises au point pour étudier l'autocicatrisation des matrices cimentaires. Les moyens de suivi de l'autocicatrisation peuvent être directs (observation de l'évolution avec le temps de l'aspect visuel ou de la géométrie) ou indirectes (tester l'effet de l'autocicatrisation sur certaines propriétés du matériau cimentaire : évolution des propriétés de transfert et des propriétés mécaniques). Ces approches indirectes ne permettent pas, en général, de suivre l'évolution de l'autocicatrisation d'une fissure isolée, mais celle d'un réseau de fissuration dans une éprouvette de béton ou de mortier.

La compréhension du phénomène de l'autocicatrisation naturelle, de ses mécanismes et de ses effets non négligeables sur la durabilité des matériaux cimentaires a permis plusieurs tentatives de développement de bétons à fort potentiel d'autocicatrisation. Plusieurs approches techniques ont été proposées pour augmenter le potentiel naturel d'autocicatrisation des matériaux cimentaires. Ces approches cherchent globalement à activer les mécanismes physico-chimiques naturels d'auto-colmatage des fissures ou à introduire des inclusions réactives latentes qui seront activées par l'ouverture de la fissure. Le but commun de toutes les études menées sur ce sujet est de trouver une technique rapide, efficace et peu coûteuse qui permettrait d'augmenter le potentiel d'autocicatrisation du béton. Jusqu'à présent, aucune méthode complète n'a été proposée et industrialisée comme solution pratique et efficace pour obtenir un béton autocicatrisant.

1.2 Définition du sujet de recherche et objectifs

Cette thèse a pour objectif général d'approfondir les connaissances et de répondre aux manques de données en ce qui a trait à l'autocicatrisation naturelle, de ses mécanismes et de certains de ses paramètres d'influences et d'étudier l'influence de l'addition de certaines inclusions réactives sur le potentiel d'autocicatrisation des matrices cimentaires. Les résultats présentés dans ce document permettront de tendre vers la proposition d'une ou plusieurs approches technologiques adéquates pour différents types de béton afin de pouvoir accroître leur potentiel d'autocicatrisation pour avoir des structures plus durables. Une méthodologie sera présentée dans cette thèse afin de déterminer de tels critères. Cette méthodologie pourra, dans les projets de recherche qui suivront cette thèse, être appliquée sur une gamme plus variée de matériaux cimentaires (mortiers, différentes gammes de béton) afin de s'approcher peu à peu de la proposition concrète d'une technologie généralisée d'autocicatrisation.

Afin d'atteindre cet objectif général, il faudra d'abord définir un moyen de suivi de l'autocicatrisation. Une technique qui a été conçue à l'Université de Sherbrooke sera utilisée dans ce projet de recherche pour suivre l'évolution de l'autocicatrisation. C'est la technique de mesure de perméabilité à l'air d'une fissure. Il s'agit de mesurer le débit d'air dans une fissure à différentes périodes d'autocicatrisation. Les essais sont faits sur des éprouvettes en mortier fissurées. Une relation polynomiale de troisième degré a été établie entre le débit d'air dans une fissure et son ouverture apparente. Cette technique a été conçue et perfectionnée à l'Université de Sherbrooke par Gagné et Argouges (Argouges 2010; Gagne and Argouges 2012). Des essais de caractérisation seront également faits sur les inclusions réactives, les mortiers étudiés et les produits de cicatrisation formés dans les fissures. Ces analyses permettront de mieux comprendre les mécanismes d'autocicatrisation et les modes d'action des additions réactives.

En utilisant cette technique innovatrice, l'autocicatrisation naturelle sera tout d'abord étudiée sur un mortier témoin normalisé (Norme ASTM C109 C109 M). Ensuite, l'effet du rapport E/C et/ou âge de fissuration sera étudié pour mieux définir l'autocicatrisation naturelle et ses paramètres d'influence. Enfin des mortiers avec différentes additions réactives, sélectionnées pour des raisons bien définies qui seront développées plus tard dans ce document, seront étudiés afin de définir l'influence de chacune de ces inclusions et de proposer à la fin de ce programme des formulations de mortiers ayant un fort potentiel d'autocicatrisation.

Ce projet de recherche peut donc être divisé en quatre objectifs spécifiques :

- Étude de l'autocicatrisation naturelle d'un mortier témoin normalisé : cinétique et influence du rapport E/C et/ou âge de fissuration;
- Étude de l'effet des inclusions réactives riche en CaO libre sur la capacité d'autocicatrisation des mortiers;
- Étude de l'effet des inclusions réactives à base de ciment faiblement hydraté et/ou de CaO sur la capacité d'autocicatrisation des mortiers;
- Étude de l'effet des inclusions réactives riche en silicium amorphe sur la capacité d'autocicatrisation des mortiers;

1.3 Portée

Ce projet de recherche va permettre de mieux comprendre le phénomène d'autocicatrisation naturelle. Il permettra, ensuite d'initier une démarche en vue de proposer des approches technologiques pratiques, fiables et peu coûteuses qui permettront d'optimiser et de favoriser le potentiel d'autocicatrisation des bétons et des matériaux cimentaires en général. Ces approches viseront à concevoir des structures plus durables et, par conséquent, à diminuer les coûts liés à l'endommagement précoce des structures (coûts des inspections, coûts de réparation ou de destruction de structures avant la fin prévue de leur durée de vie, etc.).

CHAPITRE 2

L'AUTOCATRISATION DES MATÉRIAUX CIMENTAIRES

2.1 Définition de l'autocicatrisation : Mécanismes, cinétiques et paramètres d'influence

La cicatrisation d'un tissu vivant désigne une réparation auto-générée d'une lésion qui aboutit à sa fermeture. Ce concept a été étendu au domaine du béton après l'observation d'une reprise de continuité entre les lèvres des fissures. Des fissures, d'ouvertures allant jusqu'à 1,56 mm, sur des conduites d'eau ont été complètement colmatées au bout de 5 ans (Wagner 1974). Beaucoup de recherches ont été menées pour caractériser le phénomène. Les études menées jusqu'à présent sur l'autocicatrisation ont eu pour objectifs de déterminer ses mécanismes, de tester son influence sur les propriétés mécaniques et les propriétés de transport du béton, de définir les paramètres d'influence et d'évaluer sa cinétique (vitesse d'évolution, durée, phases du processus).

2.1.1 Mécanismes d'autocicatrisation

Plusieurs études ont été menées pour expliquer la formation des produits qui peuvent combler les fissures, et tester leur efficacité en termes de gain d'intégrité du béton, d'étanchéité et des propriétés mécaniques. Différents mécanismes ont été proposés. Ils diffèrent les uns des autres par les réactifs mis en jeux, la substance de colmatage produite et la cinétique de développement de la cicatrisation de la fissure. Les mécanismes d'autocicatrisation définis sont répertoriés en trois catégories (Figure 2-1) (de Rooij et al. 2013) :

- Mécanismes physiques : il s'agit de l'expansion de la pâte de ciment hydraté sur les parois de la fissure. Ce phénomène se produit quand les hydrates absorbent de l'eau et augmentent de volume.

- Mécanismes chimiques : deux mécanismes d'origine chimique sont définis. Le premier est l'hydratation différée des grains de ciments anhydres. Le deuxième est la carbonatation.
- Mécanismes mécaniques : il s'agit du blocage de la fissure par des débris de béton provenant des parois des fissures ou de particules fines ramenées dans la fissure par l'eau.

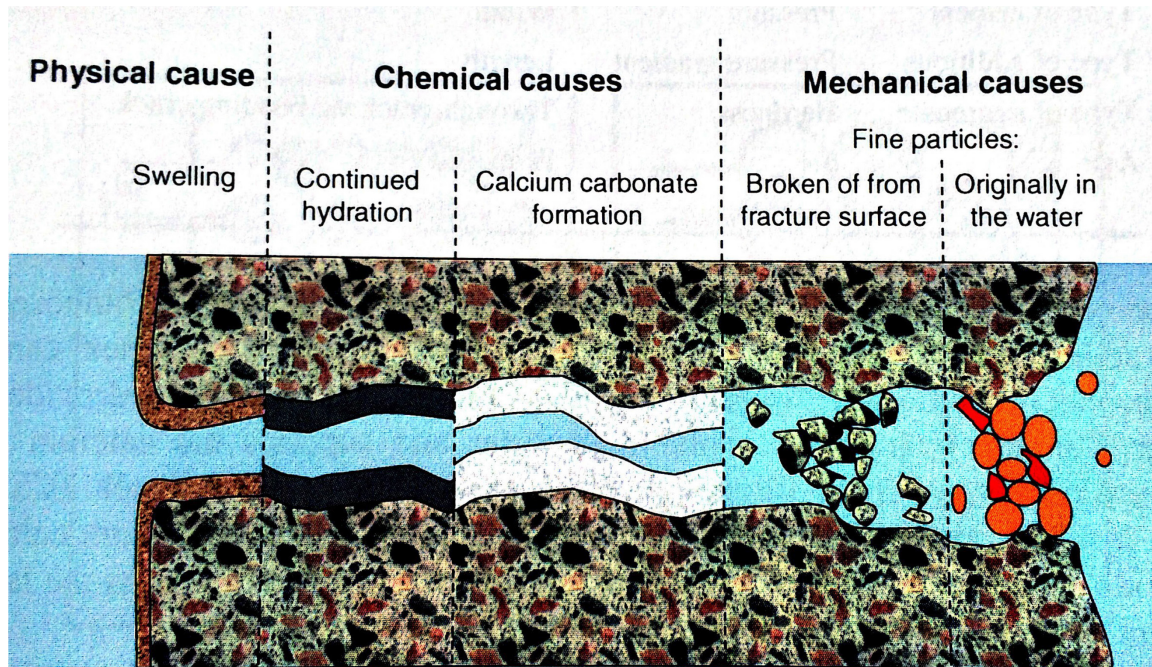


Figure 2-1. Mécanismes d'autocicatrisation (de Rooij et al. 2013)

Ces mécanismes peuvent se produire individuellement ou en combinaison de deux ou plus. Leur capacité de colmatage et la cinétique de leur développement dépendent des propriétés des matériaux de fabrication du béton, des conditions d'exposition et d'exploitation, de l'âge et de l'ouverture de la fissure. La présence de l'eau est toutefois un facteur commun et indispensable à la production de tous les mécanismes d'autocicatrisation.

a- Carbonatation

L'autocicatrisation par carbonatation est la précipitation progressive sur les parois de la fissure des cristaux du carbonate de calcium insolubles jusqu'au colmatage total ou partiel. Les réactions chimiques mises en jeu se produisent entre les ions de calcium Ca^{2+} et les ions hydrogénocarbonates HCO_3^- ou les ions carbonates CO_3^{2-} .

Les ions hydrogénocarbonates HCO_3^- et les ions carbonates CO_3^{2-} proviennent de la dissolution du dioxyde de carbone.

Les ions Ca^{2+} sont d'abord fournis par la chaux qui se trouve sur les parois de la fissure. Une fois que cette réserve est épuisée, ces ions se déplacent par diffusion de l'intérieur de la matrice cimentaire vers le volume de la fissure (Edvardsen 1999). Ceci entraîne un ralentissement de la cinétique de carbonatation (Figure 2-2).

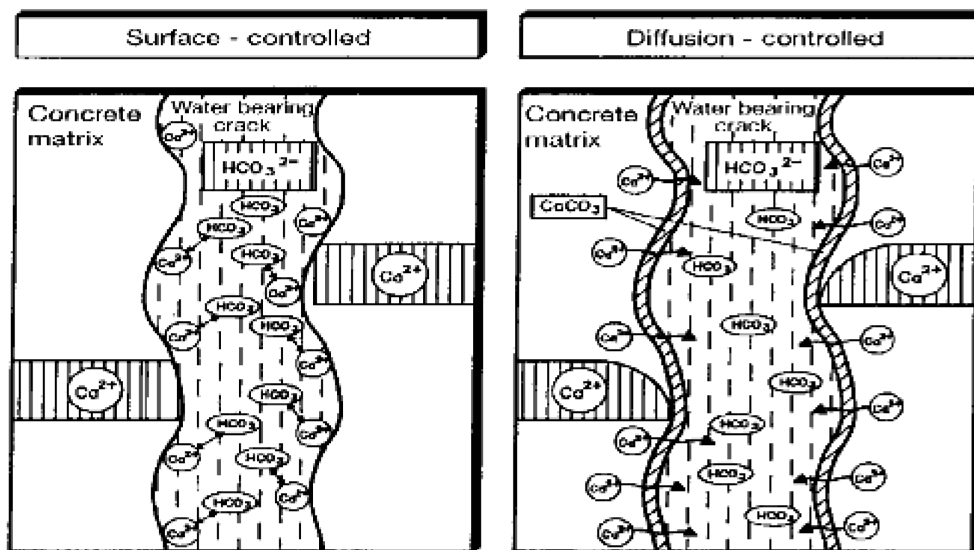


Figure 2-2. Processus de formation de la calcite selon la source des ions Ca^{2+} (Edvardsen 1999)

La cicatrisation d'une fissure par carbonatation résulte d'un ensemble de mécanismes de dissolution, de transfert et de précipitation complexe. En effet, pour définir le processus et la cinétique de formation de la calcite dans la fissure, surtout après l'épuisement des ions calcium libérés par les parois de la fissure, il est indispensable de comprendre la

microstructure de la pâte du ciment et les phénomènes mis en jeu dans la libération des ions Ca^{2+} de la matrice cimentaire dans la solution interstitielle et les mécanismes permettant de les ramener jusqu'à la fissure.

Les phénomènes principaux intervenant dans la cicatrisation par carbonatation sont :

- La décalcification des matériaux cimentaires
- Les transferts hydriques
- La carbonatation

❖ La décalcification

Un matériau cimentaire en contact avec une eau faiblement minéralisée se dégrade par lixiviation. Il s'agit de la dissolution de certaines composantes des hydrates déclenchée par un déséquilibre entre la phase solide et la phase liquide (solution interstitielle) de la matrice cimentaire. Ce déséquilibre est le résultat de la migration des ions de la solution interstitielle vers l'eau faiblement minéralisée. L'élément le plus considéré pour décrire la lixiviation d'un matériau cimentaire est le calcium, vu sa présence dans les hydrates et la concentration importante des ions Ca^{2+} dans la solution interstitielle.

La décalcification des hydrates est progressive. Elle commence par la portlandite qui est la phase la plus soluble de la matrice. La libération des ions Ca^{2+} de la portlandite dans la solution interstitielle se déclenche pour une concentration $[\text{Ca}^{2+}] \leq 22 \text{ mmol/l}$.

Pour une concentration $[\text{Ca}^{2+}]$ inférieure à 20 mmol/l l'ettringite et le monosulfoaluminate commence à se décalcifier progressivement. Quand la concentration des ions calcium devient inférieure à 2,5 mmol/l, la pâte de ciment n'est plus qu'un gel de silice (Ranaivomanana 2010).

❖ Les transferts hydriques

L'eau dans la pâte de ciment se présente sous trois formes.

- L'eau liée chimiquement : C'est l'eau qui fait partie de la composition chimique des hydrates.
- L'eau adsorbée : L'eau fixée sur les feuillets de C-S-H.

- L'eau libre : L'eau qui se trouve dans les pores capillaires. C'est l'eau la plus libre et elle obéit aux lois de la capillarité.

Les transferts hydriques dans la matrice cimentaire concernent l'eau libre des pores. Ils sont gouvernés par les mécanismes d'adsorption-désorption, la perméation et la diffusion.

L'adsorption consiste en la fixation physique des molécules d'un gaz sur la surface d'un solide après y être fortement attirées par les forces de Van Der Waals et les forces électrostatiques. Pour le cas de la matrice cimentaire le gaz concerné est la vapeur d'eau. Les molécules d'eau se fixent d'abord en monocouche sur la surface des pores jusqu'à ce qu'elle soit complètement couverte. Par la suite, des couches condensées de molécules d'eau se superposent jusqu'à remplir le volume du pore.

Pour le cas des pores accessibles par une seule extrémité, un équilibre mécanique et un équilibre thermodynamique entre la phase gazeuse et la phase liquide de l'eau. Celle-ci reste alors stable dans le pore. Dans les pores accessibles par les deux extrémités, un flux de vapeur s'établit une fois que la monocouche d'eau adsorbée est formée sur les surfaces des pores. La condensation augmente dans les cols des pores jusqu'à la formation des bouchons imperméables aux gaz inertes mais perméables à la vapeur d'eau. Un écoulement d'eau est alors créé dans le réseau des pores par le flux de vapeur.

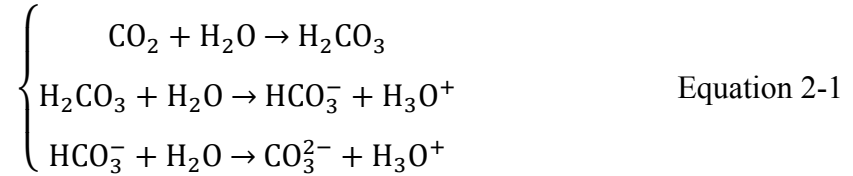
La désorption est le mécanisme inverse au mécanisme de l'adsorption. Elle se produit quand l'humidité relative ambiante devient inférieure à l'humidité relative dans le réseau de pores. La perte de l'humidité commence par les zones extérieures de la matrice cimentaire. Cette perte crée un gradient de pression et de concentration du vapeur d'eau entre la surface et l'intérieur du matériau poreux. Des écoulements d'eau se produisent alors dans le réseau de pores de l'intérieur vers l'extérieur de la matrice par perméation et par diffusion (Ranaivomanana 2010).

❖ Carbonatation

La carbonatation en général est une réaction qui se produit entre le dioxyde de carbone qui pénètre dans le réseau poreux de la matrice cimentaire par diffusion et se dissout dans l'eau,

et le calcium des hydrates notamment la portlandite. Les produits de cette réaction sont l'aragonite, la vaterite et la calcite qui est la phase la plus stable à long terme.

Pour le cas d'une fissure, le dioxyde de carbone se dissout dans l'eau présente dans son volume à partir de l'air ambiant selon les réactions suivantes :



Les concentrations de l'acide carbonique H_2CO_3 , des ions HCO_3^- et des ions CO_3^{2-} atteignent un équilibre qui dépend du pH de la solution (Figure 2-3).

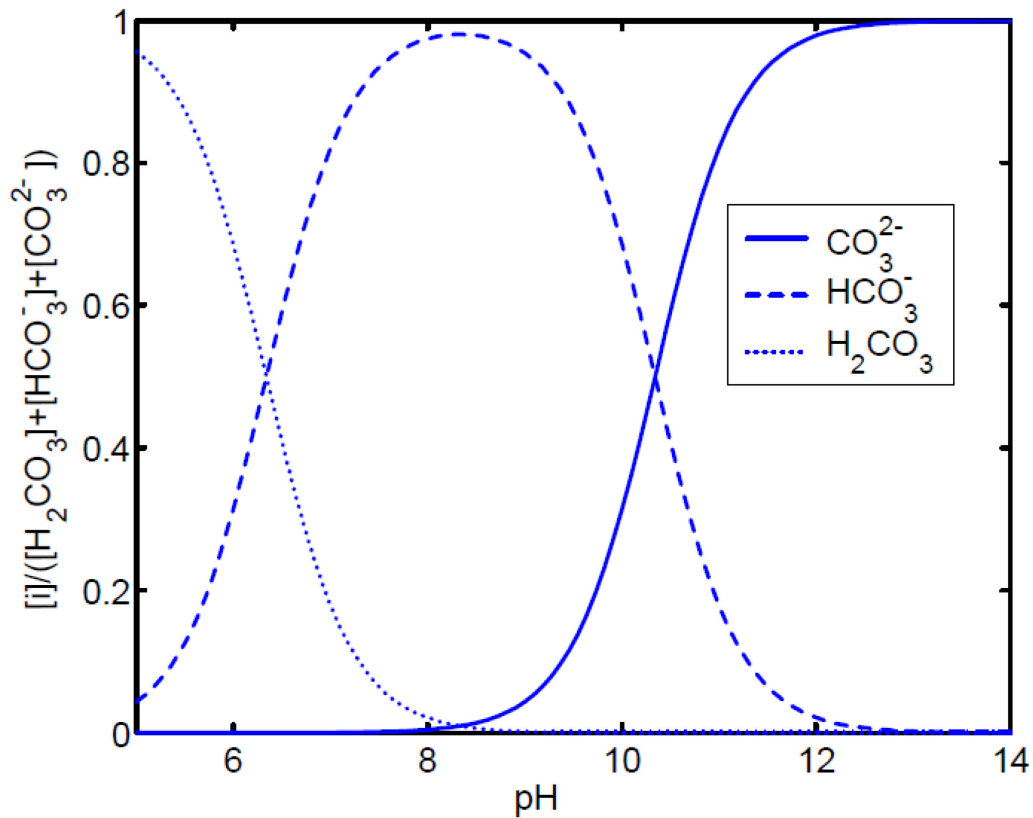
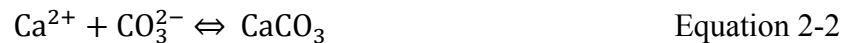


Figure 2-3. Fractions molaires des espèces H_2CO_3 , HCO_3^- et CO_3^{2-} à l'équilibre en fonction du pH (Thiery 2005)

A l'équilibre, les ions HCO_3^- et CO_3^{2-} ont des domaines de prédominance disjoints (Figure 2-3). Pour un pH supérieur à 10,3 c'est l'ion CO_3^{2-} qui prédomine et pour des valeurs de pH comprises entre 6,3 et 10,3 c'est l'ion HCO_3^- qui prédomine. Avec le développement du processus de carbonatation, le pH de la solution passe d'une valeur très basique (≈ 13) à une valeur inférieure à 9. L'intersection de cet intervalle de variation du pH de la solution avec les domaines de prédominance disjoints de chaque ion a un impact important sur le processus de carbonatation (Thiery 2005).

Les ions Ca^{2+} précipitent avec les ions carbonates CO_3^{2-} selon la réaction suivante :



Les ions calcium peuvent également réagir avec les ions HCO_3^- prédominant pour des pH entre 6.3 et 10.3. Le bicarbonate de calcium résultant de cette réaction ne peut pas précipiter, il n'existe pas à l'état solide.

❖ La carbonatogenèse bactérienne et la bio-cicatrisation

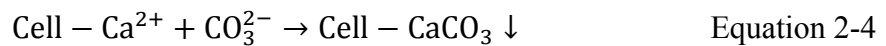
La carbonatogenèse est la précipitation du carbonate de calcium déclenchée et favorisée par la présence et le métabolisme des bactéries dans la fissure. L'action des bactéries sur le développement du mécanisme de carbonatation se fait par différents moyens : le caractère électrique de leurs parois cellulaires, le métabolisme et les substances sécrétées (Castanier et al. 1998)

Par leurs métabolismes, les bactéries produisent des ions carbonate qui réagissent avec les ions calcium du milieu et précipitent sous forme de cristaux de carbonate de calcium. Les métabolismes peuvent être :

- Autotrophes : Les bactéries utilisent le dioxyde de carbone pour produire la matière organique. Cette voie de carbonatogenèse est restreinte à des environnements très particuliers.
- Hétérotrophes : Des métabolismes produisent des ions carbonate et hydrogénocarbonate selon trois voies métaboliques possibles: L'ammonification des acides aminés, la réduction dissimilatrice des nitrates et la réduction dissimilatrice

des sulfates. Les métabolismes hétérotrophes sont des phénomènes très courants sur notre planète vue la diversité des espèces bactériennes susceptibles d'utiliser les voies métaboliques hétérotrophes.

Les parois des bactéries, chargés négativement attirent les ions calcium, chargés positivement. Ceci induit une forte concentration en Ca^{2+} aux alentours de la bactérie. Les ions calcium réagissent avec les ions carbonate du milieu et précipitent aux environs de la bactérie sous forme de cristaux de carbonate de calcium.



La précipitation du carbonate de calcium par action bactérienne est influencée par les caractéristiques du milieu de culture. Ces caractéristiques peuvent avoir des effets sur les bactéries (reproduction, métabolisme...) ou sur la précipitation du carbonate de calcium. En effet, la précipitation des carbonates de calcium se produit lorsque la solution vient à saturation soit par évaporation, soit par abaissement de la pression de CO_2 , soit par augmentation de la température ou encore par la cristallisation de la glace à partir de la solution. Le pH de la solution, qui augmente généralement par l'activité bactérienne et la libération des ions ammonium dans la solution, a également une influence favorable sur la précipitation de CaCO_3 .

La présence de l'eau est fondamentale pour l'activité des bactéries. Elle assure le flux des nutriments et d'éléments vitaux (matière organique, oxygène, calcium...). La présence de l'eau peut être périodique. En effet, les bactéries peuvent subsister plus ou moins longtemps en état de vie ralentie.

La carbonatogenèse bactérienne et la précipitation des cristaux de carbonate de calcium en présence de certaines bactéries ont été exploitées pour favoriser l'autocicatrisation des fissures. Van Tittelboom et al. (2010) ont investigué l'effet du traitement des fissures par injection d'une souche bactérienne nommée *Bacillus sphaericus*. Cette étude a comparé diverses méthodes de colmatage des fissures notamment, l'injection de l'époxy, l'application du mortier sur la fissure et l'injection des bactéries. Pour certains spécimens les cultures

bactériennes sont injectées sans protection contre le pH élevé du béton. Pour d'autres, une solution de gel de silice est ajoutée à la culture dans le but de la protéger contre l'exposition à un pH défavorable.

Les fissures traitées sont d'ouvertures de 0.05 mm - 0.87 mm. Les échantillons destinés à tester l'effet de la culture bactérienne ont été immergés pendant trois jours dans les différentes solutions et ensuite séchés.

Des tests de perméabilité et de mesure de vitesse des ondes ultrasonores ainsi que l'observation visuelle des fissures ont relevé un potentiel important d'autocicatrisation par les bactéries. L'amélioration la plus importante est observée sur les fissures de profondeur faible injectées par la culture bactérienne accompagnée par le gel de silice et du CaCl_2 (source de calcium) (Figure 2-4).

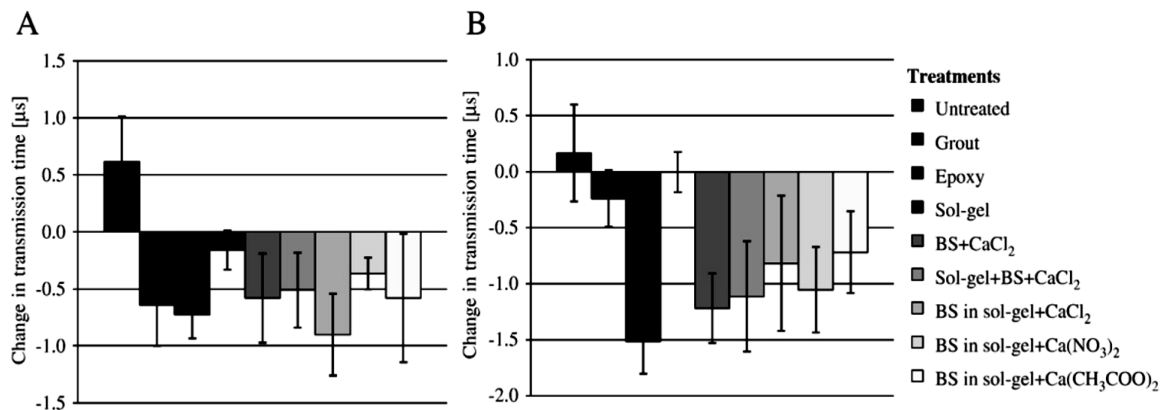


Figure 2-4. Changement du temps de transmission des ondes ultrasonores après traitements des fissures, A : profondeur de la fissure = 10 mm, B : profondeur de la fissure = 20 mm (Van Tittelboom et al. 2010)

b- Formation différée des hydrates

❖ Hydratation différée du clinker

L'hydratation différée du clinker a été reconnue comme explication éventuelle de deux phénomènes observés dans des matériaux cimentaires :

- ✓ Augmentation de la densité et diminution de la perméabilité avec le temps (Hearn 1998; Hearn and Morley 1997).
- ✓ Développement des propriétés mécaniques de certains vieux bétons

L'hydratation des grains de ciment continue tant que l'humidité est disponible et qu'elle a accès aux grains de ciment anhydres. Elle peut se produire sous un régime d'humidité permanent alors que la cicatrisation par carbonatation nécessite des transferts hydriques des réactifs dus aux écoulements ayant lieu dans le réseau poreux de la matrice cimentaire.

L'autocicatrisation par hydratation différée dépend de la quantité de grains de ciment qui persistent anhydres. Celle-ci est déterminée par le degré d'hydratation au moment de l'apparition de la fissure.

Le degré d'hydratation dépend de plusieurs paramètres :

- ✓ Le rapport E/C (Figure 2-5)
- ✓ Le type du ciment et sa finesse
- ✓ L'âge du matériau cimentaire
- ✓ Les conditions d'exposition : les conditions qui influencent généralement l'hydratation du ciment (humidité, température...)

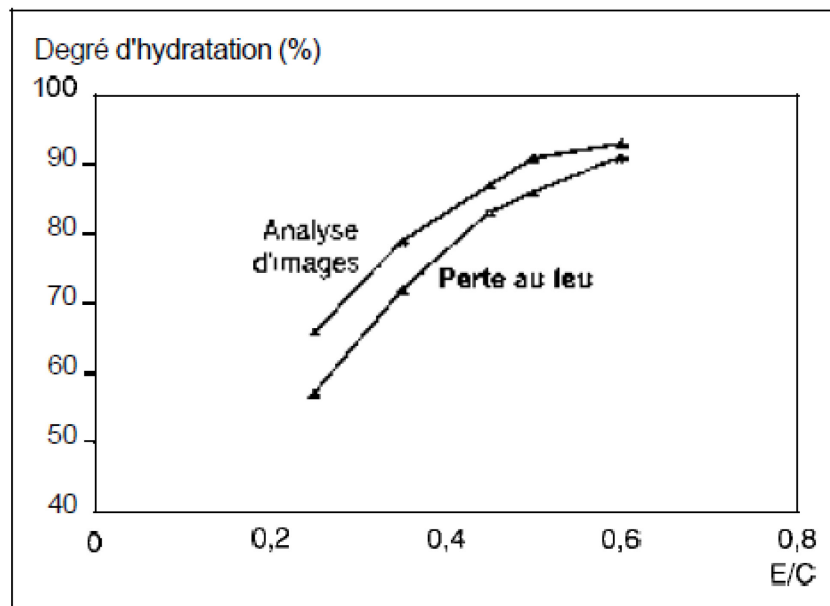


Figure 2-5. Degré d'hydratation déterminé par analyse d'image MEB et par perte au feu pour des pâtes de ciment CPA-CEM I âgées de deux ans et de différents rapports E/C (LCPC. 2002).

L'hydratation différée des grains de ciment a été considérée comme le principal mécanisme d'autocicatrisation. Neville affirme qu'elle peut présenter un potentiel important d'autocicatrisation pour les fissures des bétons à jeune âge. Mais pour les bétons d'âges plus avancés, c'est la carbonatation qui est le mécanisme essentiel de cicatrisation des fissures (Neville 2002).

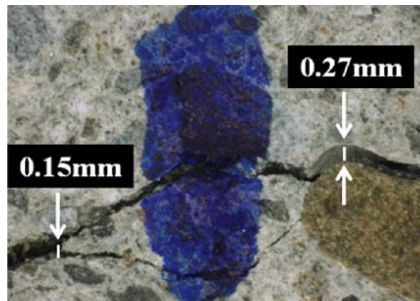
❖ Réaction des pouzzolanes

L'hydratation tardive des pouzzolanes peut être à l'origine de la cicatrisation des fissures. Termkhajornkit et al. (2009) a étudié la capacité d'autocicatrisation d'un béton contenant des cendres volantes. La recherche a porté sur le comportement après fissuration due au retrait qui survient après 28 jours. Il a été conclu qu'un béton contenant de la cendre volante a une grande capacité d'autocicatrisation des microfissures de retrait. Sahmaran et al. (2008) ont étudié le potentiel d'autocicatrisation du béton contenant des cendres volantes en remplacement de ciment allant jusqu'à 55%. Les fissures étudiées sont dues à un pré-chargement mécanique des échantillons. Le colmatage des fissures a été détecté par une reprise relativement faible de propriétés mécaniques et un recouvrement plus important des propriétés de transport (perméabilité aux ions chlorures et indice de sorptivité). Ce potentiel d'autocicatrisation s'explique par la quantité importante des particules de cendre volante qui persistent anhydres. Le gel C-S-H formé par la réaction pouzzolanique de ces particules remplit progressivement les fissures.

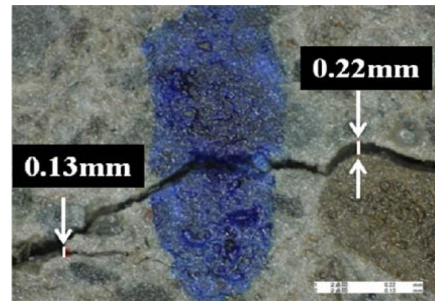
c- Formation de produits expansifs

Le colmatage d'une fissure d'une matrice cimentaire peut être accompli par formation d'un produit expansif. L'importance de ce mécanisme d'autocicatrisation vient du fait que la disponibilité d'un faible volume de réactifs dans la fissure permet de produire suffisamment de substances pour colmater la fissure. Ahn et Kishi (2010) ont développé un béton ayant un potentiel très élevé d'autocicatrisation en incorporant des mélanges minéraux à base de géomatériaux expansifs. Le volume de ce type de géomatériau augmente 15-18 fois par rapport à son volume à sec quand il est mis en contact avec de l'eau. Il contient de la montmorillonite qui est une argile minérale expansive.

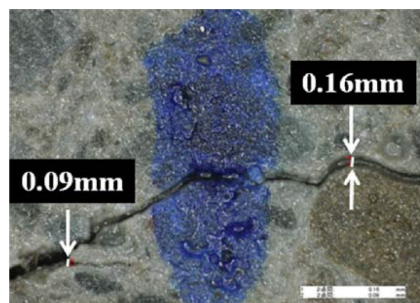
Une fissure de 150 μm a été totalement colmatée au bout de 3 jours de cure dans l'eau. Après 7 jours l'ouverture d'une fissure diminue de 220 μm à 160 μm et elle est complètement cicatrisée au bout de 33 jours (**Figure 2-6**).



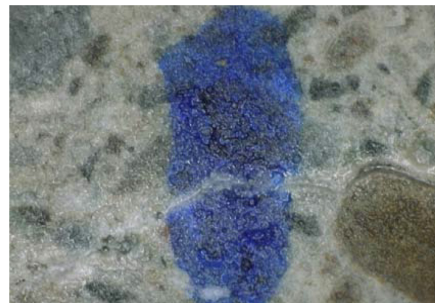
(a) Fissure



(b) 3 jours



(a) 7 jours



(b) 33 jours

Figure 2-6. Processus d'autocicatrisation d'un béton autocicatrisant contenant un géopolymère expansif (Ahn and Kishi 2010)

Un gel amorphe d'aluminosilicates de calcium est formé dans le volume de la fissure suite à l'activation alcaline du géopolymère en présence de l'hydroxyde de calcium. Il s'agit de gehelite modifié (CASH) avec une forte teneur en ions aluminium. L'analyse EDS a montré que le gel formé est composé de phases suffisamment denses pour colmater la fissure et arrêter l'infiltration de l'eau.

2.1.2 Cinétique de l'autocicatrisation naturelle et paramètres d'influence

a- Cinétique de l'autocicatrisation naturelle

Une définition de la cinétique de l'autocicatrisation des fissures du béton est nécessaire pour comprendre le phénomène et pour pouvoir, par la suite, valoriser l'intérêt qu'il peut présenter pour la performance et la durabilité d'un béton. Les travaux menés jusqu'à présent ont montré qu'en présence d'eau, la cicatrisation se produit principalement durant les trois premiers mois après la fissuration et qu'elle est plus rapide le premier mois (Argouges 2010; Edvardsen 1999; Gagne and Argouges 2012; Reinhardt and Jooss 2003). Ceci s'explique par la disponibilité des agents cicatrisants (grains de ciment anhydres, pouzzolanes, ions calcium, agents expansifs...) près des lèvres de la fissure. A la fin de cette phase, les produits de cicatrisation formés sur les parois et l'épuisement des agents de cicatrisation de surface entraînent le ralentissement du processus de colmatage de la fissure. Les agents de cicatrisation dans cette phase sont amenés vers le volume de la fissure par diffusion. Cette deuxième phase peut être activée par application d'une pression qui permet d'initier un écoulement à travers la fissure.

b- Paramètres d'influence

Plusieurs paramètres se combinent pour gouverner le développement de la cicatrisation d'une fissure. Ils influencent la cinétique de la cicatrisation et définissent le(s) mécanisme(s) de formation des produits de colmatage de la fissure.

Ces paramètres sont regroupés dans trois catégories :

- Paramètres liés à la formulation du béton.
- Paramètres liés à l'environnement du béton.

- Paramètres physiques et géométriques.

➤ Paramètres liés à la formulation du béton

La formulation du béton influence le développement de la cicatrisation via plusieurs paramètres tels que le rapport E/C, le type de ciment, les ajouts cimentaires, les fibres...

❖ Le rapport E/C

Le rapport E/C a une influence sur l'autocicatrisation du béton à jeune âge. En effet, plus le rapport E/C est faible plus le degré d'hydratation du ciment est faible (Figure 2-5) (LCPC. 2002). Par conséquent, la pâte après la prise et le durcissement, contient une plus grande quantité de grains de ciment complètement ou partiellement anhydre. L'influence du rapport E/C sur le processus de l'autocicatrisation dépend de l'âge du béton au moment de la fissuration. A jeune âge (inférieur à 28 jours), lorsque le béton est microfissuré et conservé dans l'eau, il a la capacité de s'autocicatriser et de recouvrir ses propriétés mécaniques. Lorsque le béton est âgé de plus que 28 jours, le rapport E/C a une influence moins significative sur la capacité de cicatrisation (Argouges et Gagné 2010; Gagne et Argouges 2012).

❖ Le type de ciment

Le type de ciment peut avoir une influence sur la cicatrisation des fissures par hydratation des grains de ciment anhydres. Un ciment ayant une vitesse d'hydratation lente (chaleur d'hydratation faible, teneur en C₂S importante) ou un ciment dont les particules sont de taille relativement importante, favorisent le potentiel d'autocicatrisation du béton (Meddah 2007).

❖ Les ajouts cimentaires

Les ajouts cimentaires influencent le développement de la cicatrisation. Cet effet dépend de l'ajout considéré. La fumée de silice réagit rapidement dans la matrice cimentaire en consommant la portlandite ce qui réduit le potentiel d'autocicatrisation par le mécanisme de carbonatation. Cet effet a été observé par Jacobsen et al. (1995) qui ont comparé l'autocicatrisation d'un béton avec ajout de 5% de fumée de silice à celle d'un béton sans ajout de fumée de silice. La fissuration dans ce cas est produite par exposition aux cycles de

gel-dégel. Le volume de produits de cicatrisation formés dans les fissures dans le béton avec fumée de silice a été moins important que celui formé dans les fissures du béton sans fumée de silice.

Par contre, la réaction plus lente des cendres volantes permet le colmatage des fissures du béton à jeune âge, comme le confirment les études de Termkhajornkit et al. (2009) et Sahmaran et al. (2008) qui ont porté sur l'autocicatrisation des matériaux cimentaires avec ajout de cendres volantes. L'ajout des cendres volantes a augmenté significativement le potentiel d'autocicatrisation des fissures dues au retrait de séchage (Termkhajornkit et al. 2009) et des microfissures résultant d'un préchargement des spécimens de mortier à l'âge de 28 jours (Sahmaran et al. 2008).

L'effet d'autres ajouts cimentaires à base de déchets industriels (poudre de calcaire et laitier de hauts fourneaux) sur l'autocicatrisation a été évalué par Qian et al. (2009). Les fissures des spécimens étudiés sont produites par un préchargement par flexion quatre points. Après une cure dans l'eau pendant 28 jours, les fissures ont été colmatées par des résidus blancs. Les spécimens ont récupéré 65 à 105% de leurs capacités de flexion par rapport aux spécimens de référence.

❖ Les fibres

La présence des fibres dans la matrice cimentaire a un effet indirect sur l'autocicatrisation. En effet elle permet de limiter l'ouverture des fissures et leur propagation et de retarder leur initiation. En cas de fissuration induite par des sollicitations statiques, constantes ou cycliques la présence des fibres permet d'obtenir un bilan positif de cicatrisation/propagation des fissures et, par conséquent, de baisser la perméabilité (Desmettre 2011).

Homma et al. (2009) se sont intéressés à l'étude de l'effet de la présence des fibres dans la matrice cimentaire sur l'autocicatrisation en utilisant deux types de fibres : fibres de polyéthylène courtes (6 mm) et macrofibres d'acier (32 mm). Ces fibres ont été utilisées séparément et en mélange des deux. L'étude a été faite sur des échantillons de mortier de dimensions 25x75x75. Après une cure standard pendant une semaine, ils ont été fissurés via un test de traction uniaxial et conservés dans l'eau à 20°C pendant 28 jours.

L'étude a relevé que la baisse de la perméabilité est plus importante pour les spécimens contenant des fibres de polyéthylène (FRCC (PE)) ou un mélange de fibres de polyéthylène et des macrofibres d'acier (HFRCC) que celle des spécimens contenant seulement des macrofibres d'acier (FRCC (SC)). Ceci s'explique par la finesse des fissures dans les spécimens contenant des fibres de polyéthylène, ce qui permet un colmatage plus rapide. La reprise de la résistance à la tension des spécimens a également été étudiée. Le recouvrement est nul à faible pour les échantillons contenant seulement des fibres de polyéthylène ou des macrofibres d'acier. Par contre pour les échantillons contenant un mélange des deux types de fibres, la reprise de la résistance à la traction est beaucoup plus importante (Figure 2-7).

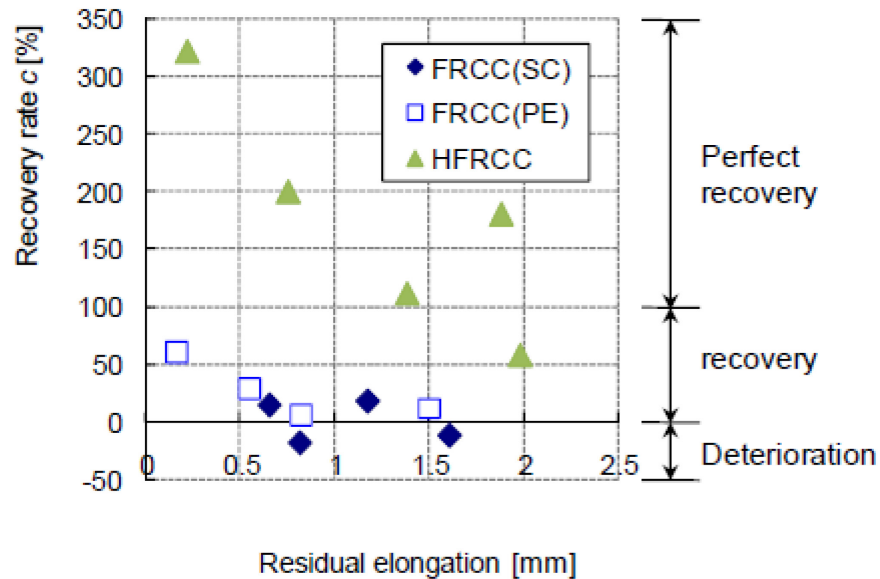


Figure 2-7. Relation entre le taux de recouvrement de résistance à la tension et l'élongation résiduelle (Homma et al. 2009).

➤ Paramètres liés à l'environnement du béton

Les éléments de l'environnement du béton, notamment l'humidité, la température, la pression, le pH de l'eau..., influencent la cinétique de l'autocicatrisation et les mécanismes mis en jeux.

❖ Humidité / Présence de l'eau

Les produits d'autocicatrisation qui se forment dans le volume de la fissure nécessitent la présence d'eau. Une humidité relative élevée favorise l'autocicatrisation par tous les mécanismes d'autocicatrisation connus. La conservation dans l'eau est toujours bénéfique pour la cicatrisation. Des produits d'autocicatrisation se forment aussi en présence de cycles de mouillage-séchage mais avec moins d'intensité comme le confirme l'étude de Qian et al. (2010). Cette étude a montré que les spécimens conservés dans l'eau ont récupéré 115% à 160% de leur capacité de déflexion contre 60% à 150% pour les spécimens soumis à des cycles de mouillage-séchage et 80% à 120% pour les spécimens conservés à l'air libre (HR 30% et 20°C).

❖ Température

Reinhardt et col. (2003) ont étudié l'effet de la température sur l'autocicatrisation. Ils ont conservé des spécimens à des températures constantes de 20, 50 et 80 °C. L'étude a relevé que le processus d'autocicatrisation est plus rapide pour la température la plus élevée (Figure 2-8).

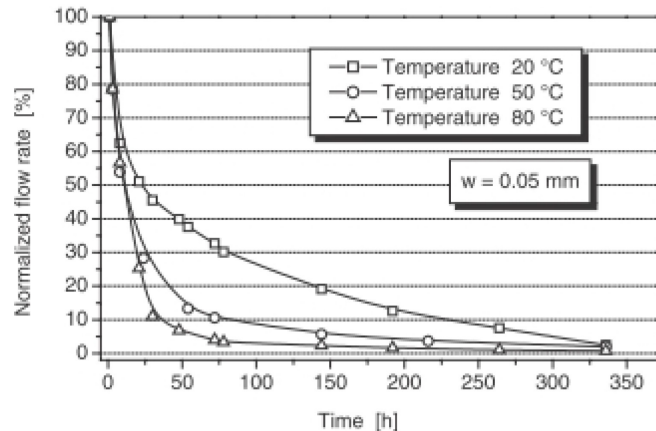


Figure 2-8. Effet de la température sur la perméabilité à l'eau pour une fissure de 0,05 mm (Reinhardt and Jooss 2003).

➤ Paramètres géométriques et physiques

Les paramètres géométriques et physiques qui influencent le développement de la cicatrisation d'une fissure sont l'ouverture de la fissure, le type de chargement mécanique appliqué à la structure du béton et le degré d'endommagement du béton.

❖ Ouverture de la fissure

La cinétique de l'autocicatrisation dépend de l'ouverture initiale de la fissure. Plus la fissure est fine plus elle est susceptible d'être totalement colmatée par les produits qui se forment sur ses parois internes. L'activité de cicatrisation dans les fissures les plus fines ($< 105 \mu\text{m}$) est plus importante le premier mois. Ensuite, elle devient plus lente. Ceci s'explique, d'une part, par la réduction de l'apport des agents cicatrisants à partir de la matrice cimentaire adjacente, et d'autre part par la limitation, due au colmatage du volume, de l'accès de l'eau et de CO_2 externes dans la fissure (Figure 2-9).

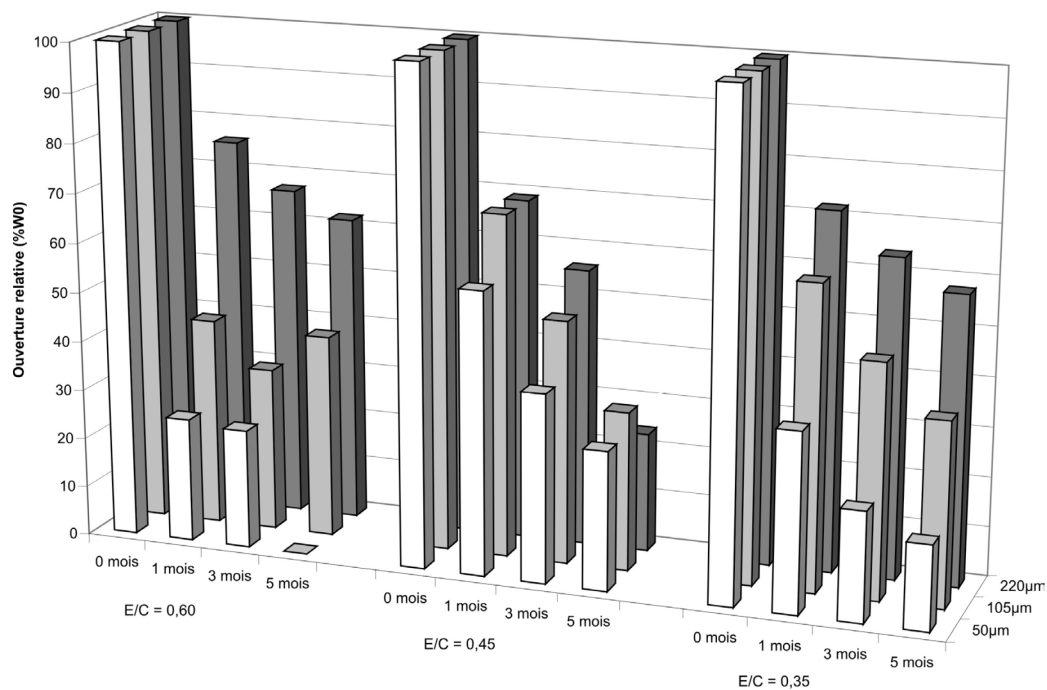


Figure 2-9. Ouvertures apparentes relatives en fonction du rapport E/C, du temps et de l'ouverture initiale de la fissure, pour une fissuration à 28 jours et des mesures à 0, 1, 3 et 5 mois (Argouges et Gagné 2010).

❖ Type de chargement

Les fissures actives des structures en service sont aussi capables de s'autocicatriser. Le type de chargement a un effet sur l'ouverture de la fissure, sa propagation et la cinétique de sa cicatrisation. Mais cet effet dépend des propriétés mécaniques initiales du béton ainsi que de sa composition.

Desmettre (2011), a étudié l'effet des chargements statiques, constants et cycliques sur l'autocicatrisation et la perméabilité d'un béton ordinaire et d'un béton renforcé par des fibres. L'étude a porté sur deux types de bétons : un béton à résistance normale (NSC) et avec un rapport $E/C = 0,60$ et un béton renforcé par des fibres (FRC) avec un rapport $E/C = 0,43$. Des échantillons prismatiques de dimensions $90 \times 90 \times 610$ mm ont été préparés et conservés dans l'eau saturée par la chaux pendant 3 mois avant d'être testés. Les tests consistent à soumettre les échantillons à une charge de tension uniaxiale avec, simultanément, des mesures de perméabilité à l'eau. Pour les échantillons soumis à une charge statique et constante, le chargement est appliqué avec un taux de déplacement de $0,05$ mm/ min pendant la phase statique, puis le déplacement a été maintenu constant.

La Figure 2-10 montre le dispositif utilisé pour appliquer le chargement et mesurer les variations de perméabilité.

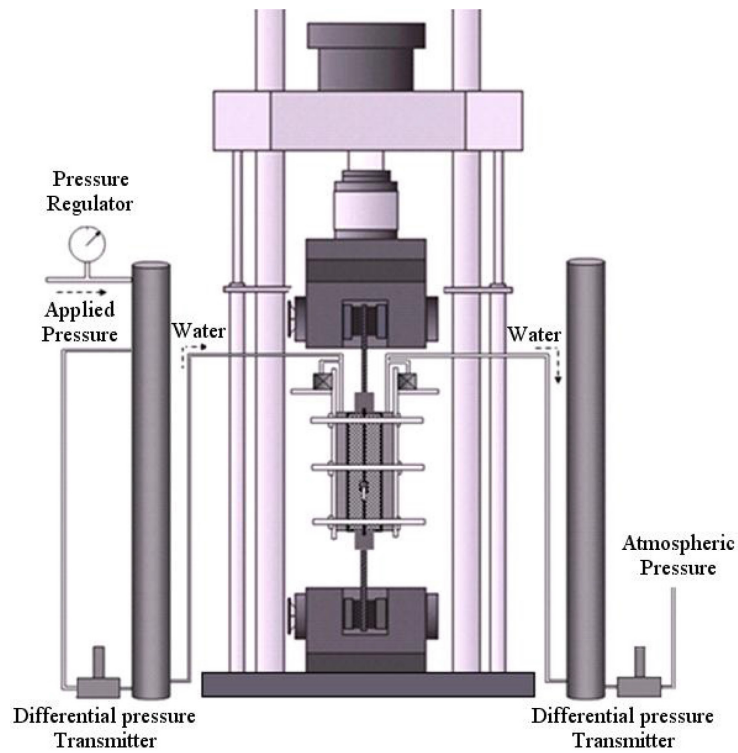


Figure 2-10. Instrument de traction uniaxiale combiné au un instrument de mesure de perméabilité (Desmettre 2011).

Pendant le chargement statique des macrofissures ont apparus sur les échantillons. L'apparition des fissures s'est traduite par une augmentation de la perméabilité à l'eau des échantillons (Figure 2-11).

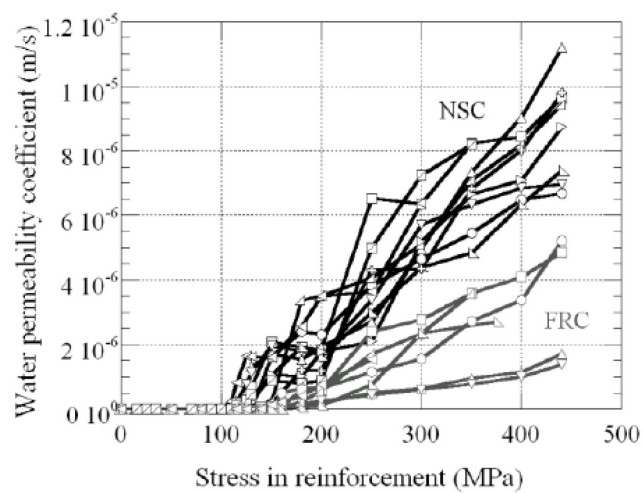


Figure 2-11. Perméabilité des échantillons sous chargement statique (Desmettre 2011).

D'autres spécimens sont soumis à un chargement cyclique. La schématisation de la procédure de chargement est présentée par la Figure 2-12.

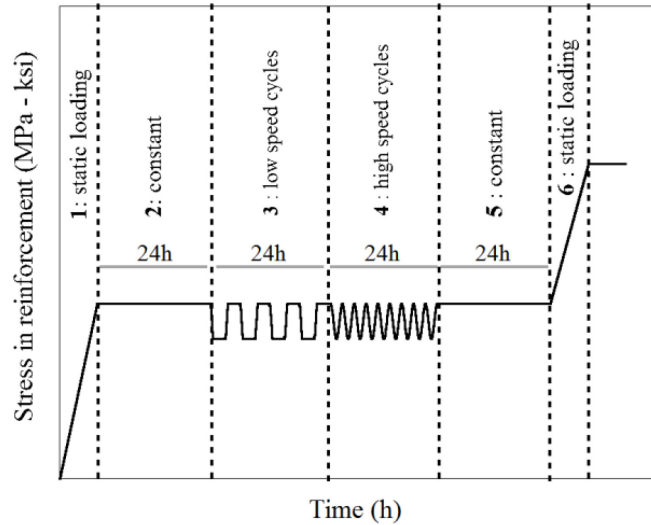


Figure 2-12. Schématisation de la procédure de chargement cyclique (Desmettre 2011).

L'étude a montré que la propagation des fissures dans les échantillons en béton renforcé par des fibres a engendré un coefficient de perméabilité inférieur de 60-70 % à celui du béton ordinaire. Après 6 jours de chargement constant, la pénétration de l'eau dans les échantillons est réduite (par effet de cicatrisation) de 50 % pour les spécimens en béton ordinaire et de 70% pour les spécimens en béton fibré (Figure 2-13). Desmettre explique la baisse importante de perméabilité des échantillons en béton fibré par une ouverture plus faible et une plus grande répartition des fissures. Ceci permet un colmatage plus rapide.

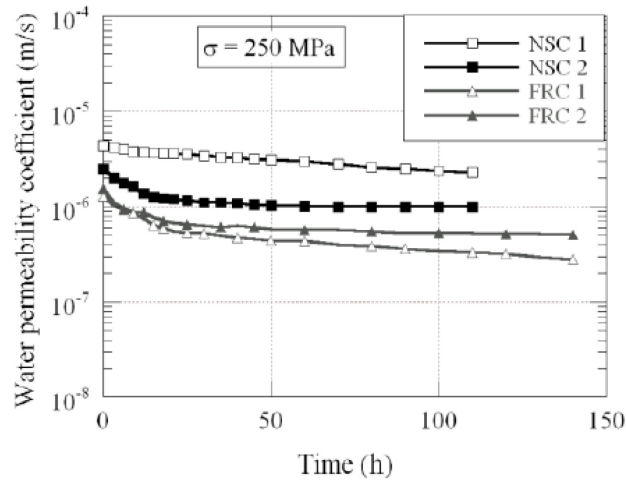


Figure 2-13. Perméabilité sous un chargement constant [Desmettre, 2011].

Dans le cas d'un chargement cyclique, le coefficient de perméabilité baisse rapidement pendant la deuxième phase (chargement constant) qui dure 24 heures. Ensuite, pendant les phases suivantes du chargement cyclique le phénomène d'autocicatrisation et le phénomène de propagation des fissures se produisent simultanément et s'opposent. Le bilan final dépend du type des fissures produites et de la nature du matériau. La réduction de l'ouverture des fissures par les fibres permet d'avoir un bilan fissuration/cicatrisation positif et de compenser l'effet de la fissuration sur la perméabilité (Figure 2-14).

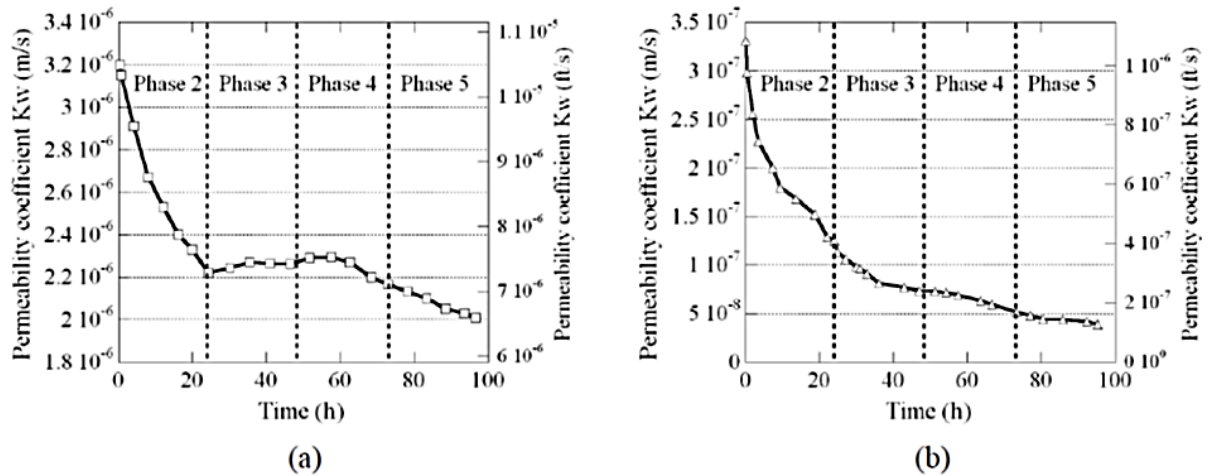


Figure 2-14. Evolution de la perméabilité à l'eau sous chargement cyclique. a) béton ordinaire. b) béton renforcé par de fibres (Desmettre 2011).

L'autocicatrisation dans ce cas est due essentiellement à la carbonatation. La baisse de perméabilité est plus prononcée pendant les premières 24 heures.

❖ Degré d'endommagement

Une étude menée par Zhang et al. (2008) a montré que l'autocicatrisation d'un béton est fonction de son degré d'endommagement. Des échantillons en béton ordinaire et en béton à haute performance ont été soumis à une compression qui a engendré des fissurations. Le degré d'endommagement D de chaque échantillon a été déterminé à partir des variations des UPV (vitesse des ondes de compression ultrasoniques) mesurées avant et après le chargement.

$$D = 1 - \frac{v}{v_0} \quad \text{Equation 2-5}$$

Avec

v : l'UPV mesurée après chargement.

v_0 : L'UPV mesurée avant chargement.

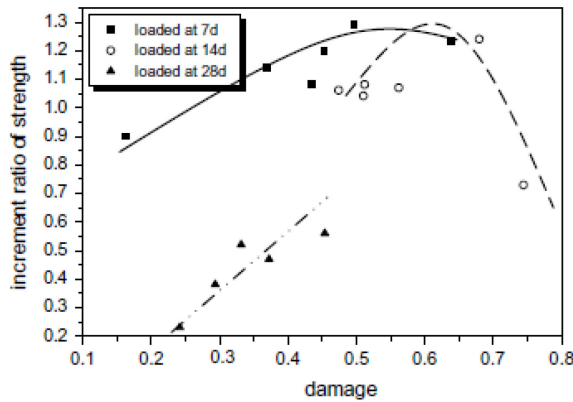
Après une cure dans l'eau pendant 30 jours pour le béton ordinaire et 60 jours pour le béton à haute performance. Un taux d'autocicatrisation H a été calculé, pour chaque échantillon, à partir des résistances à la compression mesurées avant et après autocicatrisation.

$$H = \frac{S_h - S}{S} \quad \text{Equation 2-6}$$

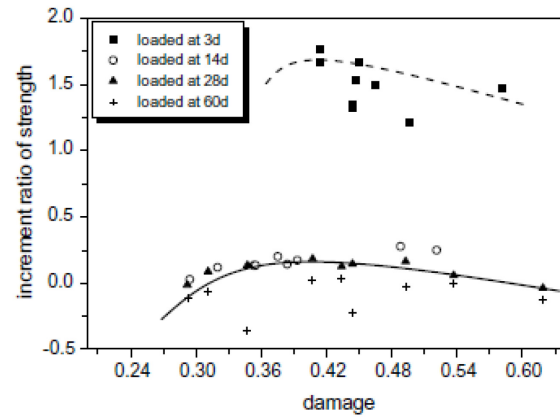
Avec

S : La résistance à la compression avant autocicatrisation.

S_h : La résistance à la compression après autocicatrisation.



Béton ordinaire



Béton à haute performance

Figure 2-15. Relation entre le degré d'endommagement D et le taux de cicatrization H (Zhong et Yao 2008)

La Figure 2-15 montre que le taux de cicatrization du béton augmente avec le degré d'endommagement si ce dernier reste inférieur à un seuil bien défini qui varie d'un béton à un autre. Si l'endommagement dépasse ce seuil, le taux de cicatrization diminue avec l'augmentation du taux d'endommagement.

2.2 Etude de l'autocicatrisation : Approches expérimentales

Le phénomène d'autocicatrisation des matériaux cimentaires a tout d'abord été observé à l'œil nu sur des fissures des réservoirs et des conduites d'eau. Sur le béton de ces constructions, on a pu observer des fissures larges complètement colmatées avec des dépôts blancs et denses. L'intérêt que ce phénomène présente pour les constructions en béton de point de vue reprise d'intégrité et durabilité, a amorcé plusieurs études pour mieux le comprendre. Plusieurs approches expérimentales de caractérisation et de suivi ont été adoptées par les chercheurs qui se sont intéressés à l'étude de l'autocicatrisation des matrices cimentaires. Les approches varient selon l'aspect du phénomène qui fait objet de l'étude, notamment : l'aspect visuel de la cicatrization des fissures, la nature des produits qui se forment dans les fissures, la cinétique de l'autocicatrisation, l'effet de l'autocicatrisation sur les propriétés de transfert et les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires fissurés. Les approches expérimentales sont souvent composées de quatre phases :

- Choix et définition des paramètres liés à la formulation et la forme des éprouvettes d'étude.
- Choix de la méthode de fissuration
- Choix des conditions de conservation
- Choix de l'approche de suivi de l'autocicatrisation

2.2.1 Choix et définition des paramètres liés à la formulation et la forme des éprouvettes d'étude

Cette phase consiste à choisir les matériaux, la formulation du béton ou du mortier, la forme de l'échantillon et la méthode et la durée de cure avant fissuration.

Le choix de la formulation du matériau cimentaire (béton ou mortier) qui fera l'objet d'une étude de l'autocicatrisation dépend de l'objectif de l'étude. Les chercheurs, qui ont travaillé sur ce phénomène, se sont tout d'abord intéressés à l'étude de l'autocicatrisation naturelle. Celle qui se produit naturellement dans les matériaux cimentaires en présence de l'eau. Les objectifs de ces recherches sont de comprendre la cinétique de l'autocicatrisation naturelle, de définir les conditions de développement et les paramètres d'influences et comprendre les effets de ce phénomène sur les propriétés du matériau. Le mortier ou le béton étudié dans ce cas est généralement d'une formulation ordinaire à base de ciment, eau et agrégats.

Une fois l'autocicatrisation naturelle suffisamment comprise, les recherches se sont par la suite focalisées sur l'étude de l'influence de l'incorporation de certains ajouts cimentaires ou granulaires sur le potentiel d'autocicatrisation. Le choix du taux d'introduction varie selon la nature de l'ajout.

La forme de l'échantillon du matériau cimentaire qui fera objet d'une étude de l'autocicatrisation est définie selon la procédure de fissuration et l'approche qui sera adoptée pour le suivi de l'autocicatrisation. Après le démoulage et avant de procéder à la fissuration les éprouvettes passent par une période de cure. La durée de la cure et les conditions de conservation dépendent des objectifs de l'étude. Généralement, les échantillons sont conservés pendant 28 jours dans une chambre humide. Sauf pour certains cas où l'objectif est d'étudier l'influence de l'âge de fissuration sur le développement de l'autocicatrisation.

2.2.2 Fissuration de l'échantillon

Plusieurs procédures de fissurations sont présentées dans la littérature. La fissuration est généralement engendrée par un chargement jusqu'à la charge ultime, via des essais mécaniques traditionnels :

Essais de traction directe ou indirecte (Edvardsen 1999; Gagne et Argouges 2012; Kan et Shi 2012; Reinhardt et Jooss 2003), essais de flexion à quatre points (S. Z. Qian, Zhou, et Schlangen 2010) ou à trois points (Granger et al. 2007) et essais de compression (Sahmaran et al. 2008; Yang et al. 2011). Des fissures dues au retrait empêché (Termkhajornkit et al. 2009) ou aux cycles de gel-dégel (Jacobsen, Marchand et Hornain 1995).

2.2.3 Cure après fissuration

Après la fissuration, les échantillons sont généralement conservés dans des conditions de cure humide, sauf pour certains cas où l'effet des conditions d'exposition sur le développement de l'autocicatrisation fait l'objectif de l'étude (S. Z. Qian, Zhou, and Schlangen 2010).

2.2.4 Suivi de l'autocicatrisation

Le suivi de l'autocicatrisation se fait par des approches directes ou indirectes.

a) Approche directe : la microscopie

L'étude de l'autocicatrisation se fait sur des microfissures dont les ouvertures ne dépassent pas généralement les 300 μm . La microscopie est de ce fait nécessaire pour pouvoir contrôler la fissuration des échantillons et suivre l'évolution de la géométrie et de l'aspect visuel des fissures aux différents stades de l'autocicatrisation. La microscopie est également utilisée à une plus petite échelle pour observer les produits d'autocicatrisation qui se forment dans les fissures.

Dans la littérature on constate que différents types de microscopie ont été utilisés pour observer le développement du colmatage des fissures par autocicatrisation. Chaque type de microscopie diffère de l'autre par la technologie utilisée pour visualiser l'objet observé et chacun présente des avantages et des limites.

La microscopie optique utilise une lumière produite par une source qui passe une première fois par un objectif, arrive sur l'échantillon. Elle est réfléchiée et repasse par l'objectif pour observation ce qui nécessite plusieurs jeux de miroirs ou prismes. Il existe plusieurs types de microscopie optique. Ceux qui sont utilisés dans le domaine du béton en général et dans l'étude de l'autocicatrisation en particulier sont la microscopie en réflexion, la microscopie en fluorescence et la microscopie en lumière polarisée. La microscopie en réflexion diffère de la microscopie classique par le fait que l'échantillon est illuminé du même côté que l'observateur ce qui permet d'observer des objets opaques. Cette technique permet de visualiser des microfissures à différents stades d'autocicatrisation et d'établir ainsi la cinétique d'autocicatrisation de ces fissures (Edvardsen 1999; Yang et al. 2011). Pour la microscopie en fluorescence, l'échantillon est imprégné d'un époxy à faible viscosité mélangé à un fluorophore. L'excitation des particules fluorescentes permet de visualiser la porosité et les microfissures. La microscopie en lumière polarisée est une technique qui permet d'étudier et d'identifier les phases cristallines d'un solide. Cette technique est utilisée dans l'étude des matériaux cimentaires, particulièrement dans l'étude de l'autocicatrisation étant donné que le produit le plus souvent dans des fissures autocicatrisées est la calcite.

La microscopie électronique utilise le même principe de lentilles et de faisceaux qu'un microscope optique. Ce qui varie, c'est que le microscope électronique est doté de lentilles électromagnétiques et d'un faisceau d'électrons, alors qu'un microscope optique utilise un faisceau de lumière et des lentilles en verre. La résolution des microscopes électroniques est beaucoup plus grande (le grossissement atteint 2 millions de fois, contre 2.000 fois avec un microscope optique). Il existe plusieurs sortes de microscope électronique. Le plus utilisé dans le domaine de recherche sur les matériaux cimentaires est le microscope électronique à balayage. Le microscope électronique à balayage (MEB ou SEM en anglais pour scanning electron microscopy) utilise un fin faisceau d'électrons, émis par un canon à électrons. Des lentilles électromagnétiques permettent de focaliser le faisceau d'électrons sur l'échantillon. L'interaction entre les électrons et l'échantillon provoque la formation d'électrons secondaires de plus faible énergie. Ils sont amplifiés puis détectés et convertis en un signal électrique. Ce processus est réalisé en chaque point de l'échantillon par un balayage du microscope. L'ensemble des signaux permet de reconstruire la typographie de l'échantillon et de fournir une image en relief. Les échantillons doivent être déshydratés. Grâce au

microscope électronique à balayage, il est possible de voir la surface d'objets, de bactéries, de matériaux... et ce à un très grand grossissement et une haute résolution. Cette technique est fréquemment utilisée dans l'étude de l'autocicatrisation (Ahn and Kishi 2010; Gagne and Argouges 2012; Granger et al. 2007; Sahmaran et al. 2008). Elle permet de voir et suivre le colmatage des fissures, elle permet également d'obtenir l'aspect visuel des produits d'autocicatrisation à une échelle microscopique très petite. L'observation d'un échantillon par un microscope électronique à balayage est souvent couplée à l'analyse par diffraction des rayons X. En effet, l'énergie des rayons X émis lors de la désexcitation des atomes dépend de leur nature chimique. En analysant le spectre des rayons X, on peut avoir une analyse élémentaire, c'est-à-dire savoir quels types d'atomes sont présents. Le faisceau balayant l'échantillon, on peut même dresser une cartographie chimique de l'objet observé.

b) Approches indirectes

Des moyens indirects de suivi, qui consistent à tester l'effet de l'autocicatrisation sur certaines propriétés du matériau cimentaire, ont aussi été utilisés dans la littérature. Le choix de la technique dépend de l'objectif de l'étude. Certains auteurs se sont intéressés aux effets de l'autocicatrisation sur les propriétés mécaniques. Des essais mécaniques (essais de compression, essais de traction...) sont alors utilisés pour comparer les propriétés mécaniques avant fissuration, après fissuration et après cicatrisation (Granger et al. 2007; Kan and Shi 2012; S. Z. Qian, Zhou, and Schlangen 2010; Sahmaran et al. 2008).

L'effet de l'autocicatrisation sur les propriétés liées à la durabilité du béton a également fait l'objet de certaines recherches. Pour ces études, on a eu recours plutôt aux essais de perméabilité à l'eau (Desmettre 2011; Edvardsen 1999; Reinhardt and Jooss 2003), à l'air (Gagne and Argouges 2012) et aux ions chlore (Jacobsen, Marchand, and Boisvert 1996; Sahmaran et al. 2008) pour suivre le recouvrement des propriétés de transport avec le colmatage des fissures.

D'autres techniques indirectes de suivi de l'autocicatrisation, basées sur l'étude de la propagation de certaines ondes, ont aussi été utilisées comme par exemple ; l'analyse des émissions acoustiques (Granger et al. 2007; Sahmaran et al. 2008).

En plus de mettre en évidence le phénomène d'autocicatrisation, l'objectif du développement de ces techniques de suivi indirectes est principalement de déterminer l'intérêt que peut présenter ce phénomène pour les structures en béton de point de vue propriétés de transfert et propriétés mécaniques. L'influence de l'autocicatrisation sur ces propriétés ainsi que les techniques d'étude de cette influence sont présentées en détails dans les sections 2.3 et 2.4.

2.3 Effets de l'autocicatrisation sur les propriétés de transport et la durabilité

La formation progressive des produits d'autocicatrisation dans les fissures engendre une diminution avec le temps des ouvertures de celles-ci jusqu'à un colmatage partiel ou total. Dans la littérature on trouve de multiples études menées pour tester les effets de la formation de ces produits sur les propriétés de transports des matériaux cimentaires. L'influence de l'autocicatrisation a été démontrée sur la perméabilité à l'eau, la perméabilité à l'air et la perméabilité aux ions chlore.

2.3.1 Perméabilité à l'eau

Le suivi de la variation avec le temps de la perméabilité à l'eau des échantillons fissurés a été utilisé par certains auteurs pour mettre en évidence l'autocicatrisation des matériaux cimentaires et suivre son évolution (Desmettre 2011; Edvardsen 1999; Reinhardt and Jooss 2003).

Desmettre (2011) a montré que l'évolution de la perméabilité à l'eau dépend de la propagation des fissures et de leur ouverture. Elle augmente légèrement avec la propagation des microfissures. Une augmentation brusque du coefficient de perméabilité marque l'apparition de la première macro-fissure. Il continue à augmenter d'un rythme moins soutenu avec la propagation de macro-fissures (Figure 2-16).

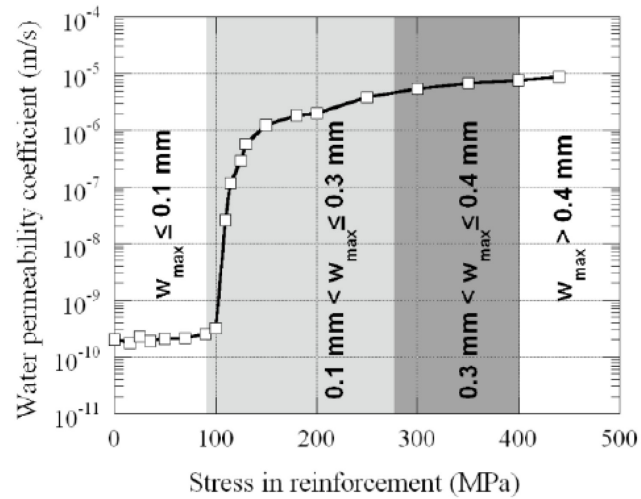


Figure 2-16. Variation de la perméabilité à l'eau avec le chargement et l'ouverture des fissures (Desmettre 2011)

Desmettre a suivi l'évolution de la cicatrisation des fissures et son impact sur la perméabilité à partir de spécimens soumis à un chargement constant. Pendant les premières 24 heures la perméabilité diminue suite à la formation rapide de produits de cicatrisation à partir des réactifs internes de la matrice. La baisse de perméabilité continue ensuite d'une façon moins rapide (Figure -2-17).

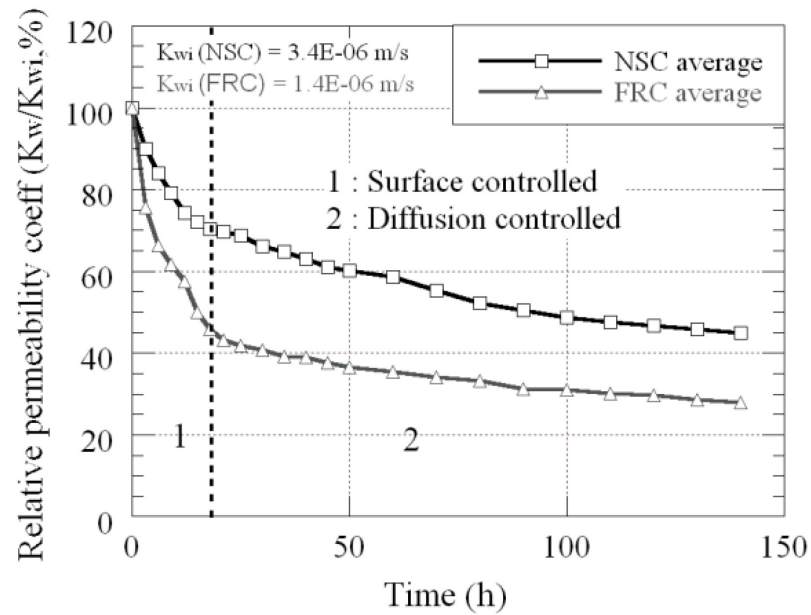


Figure -2-17. Perméabilité sous un chargement constant (NSC : béton, FRC : béton renforcé par des fibres) (Desmettre 2011)

D'autres auteurs ont confirmé l'effet de l'autocicatrisation sur la perméabilité à l'eau des matériaux cimentaires fissurés. Parmi ces auteurs, on peut citer Jacobsen et col. (1996) et Reinhardt et col. (Reinhardt and Jooss 2003) (Figure 2-18).

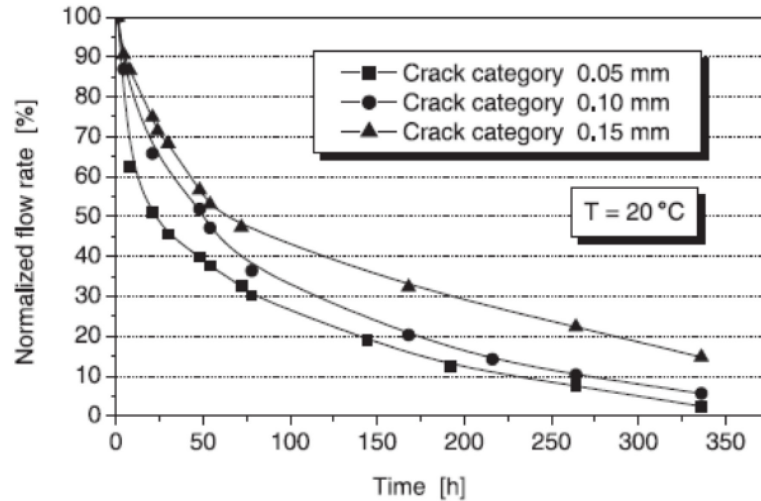


Figure 2-18. Baisse de la perméabilité par effet d'autocicatrisation d'un béton à haute performance fissuré (Reinhardt and Jooss 2003).

2.3.2 Perméabilité à l'air

Le suivi du débit d'air à travers une fissure a été la méthode adoptée par Argouges et Gagné (2010; 2012) pour suivre la fermeture des fissures par autocicatrisation. Une cellule de perméabilité a été conçue pour pouvoir mesurer le débit d'air présenté par la Figure 2-19.

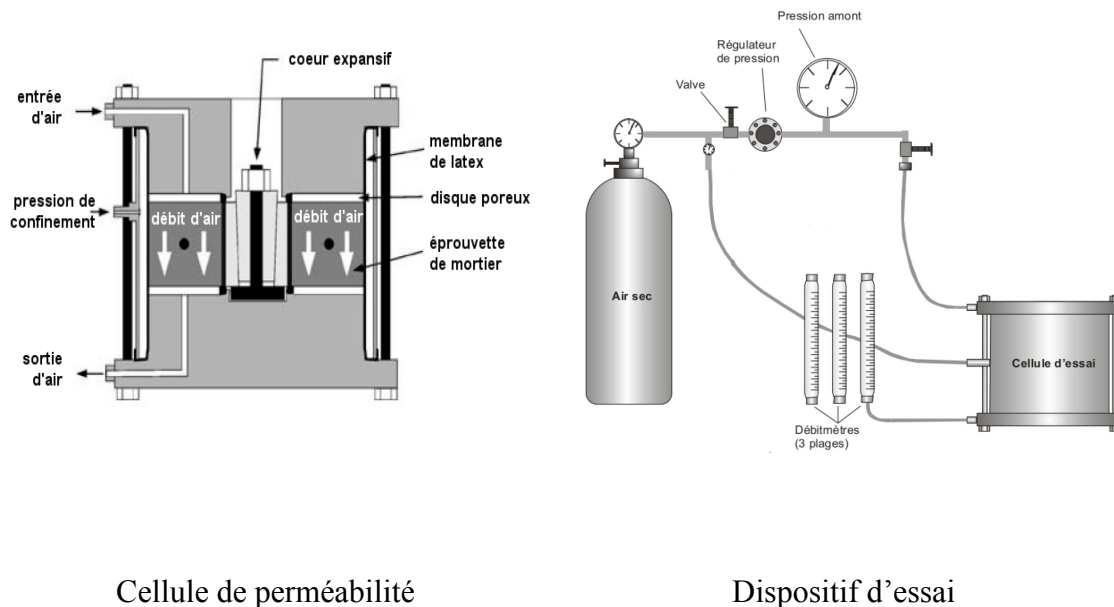


Figure 2-19. Dispositif de mesure du débit d'air (Argouges and Gagné 2010).

A partir du débit mesuré on déduit l'ouverture apparente de la fissure au moment de l'essai. La courbe de la Figure 2-20 présente la relation entre le débit et l'ouverture apparente.

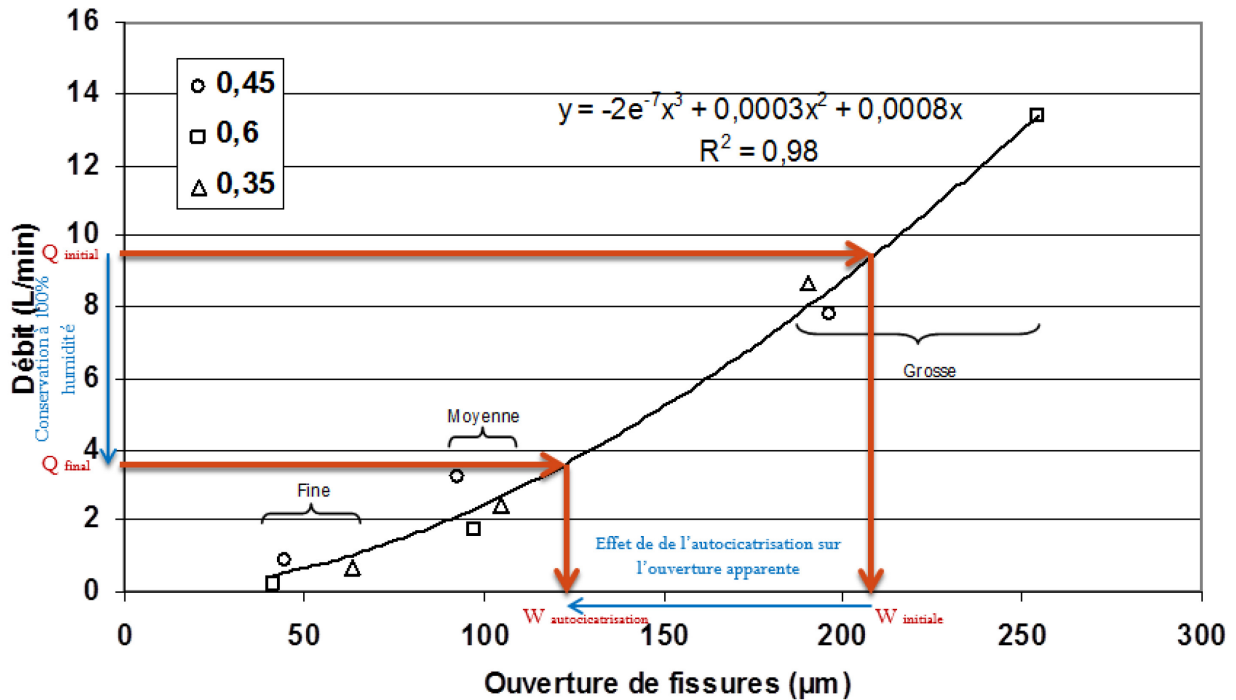


Figure 2-20. Relation entre le débit expérimental et l'ouverture initiale d'une fissure

La Figure 2-20 montre l'effet de la cicatrisation sur l'ouverture apparente. Celle-ci diminue avec le temps et se traduit par une baisse du débit d'air dans la fissure.

Les courbes de la Figure 2-21 montrent l'évolution du débit d'air dans des échantillons fissurés à 28 jours et conservés à l'humidité. Les échantillons sont de rapports E/C variables. Pour chaque valeur de rapport E/C, trois ouvertures initiales de fissure sont étudiées. Le débit est mesuré à 0, 1, 3 et 5 mois.

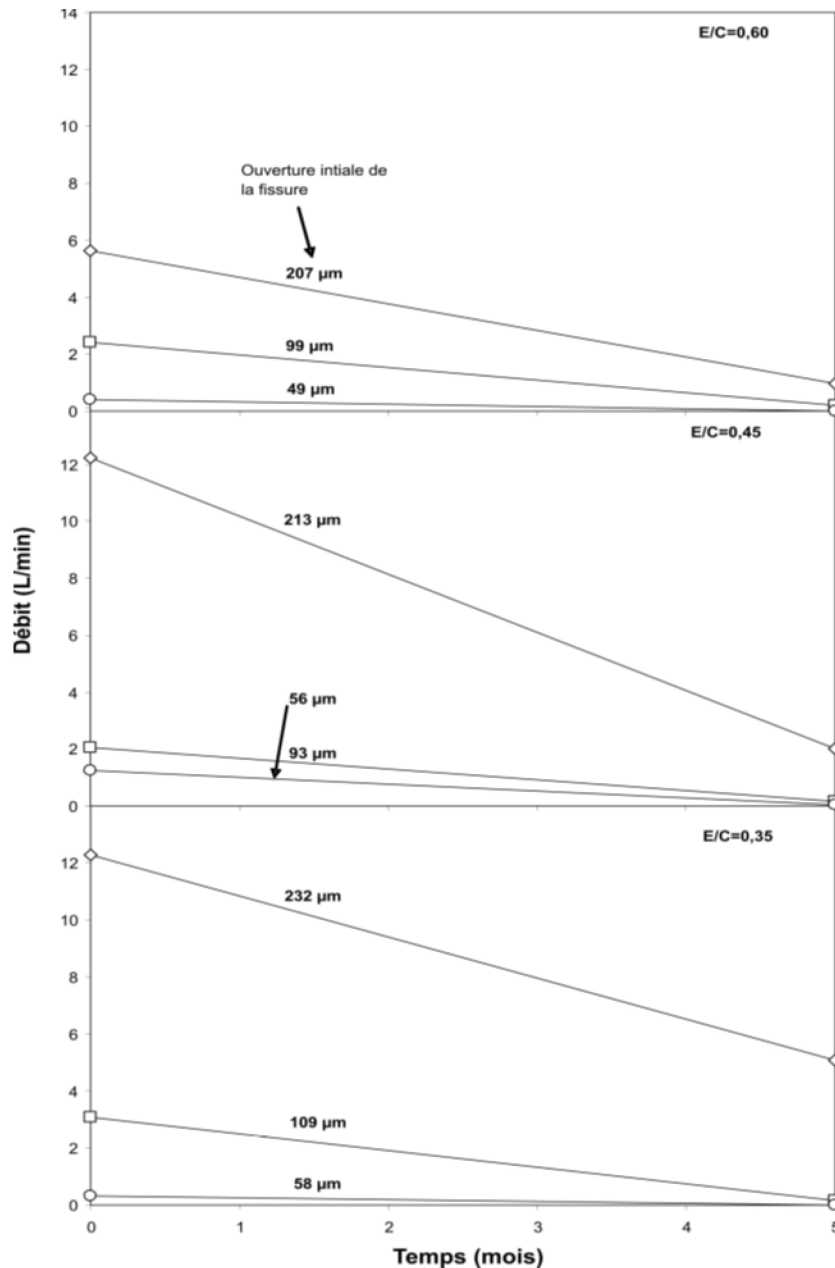


Figure 2-21. Évolution de l'ouverture apparente en fonction du temps, du rapport E/C et de l'ouverture initiale de la fissure (Argouges and Gagné 2010)

Le débit d'air diminue avec le temps, quel que soit le rapport E/C ou l'ouverture initiale de la fissure. Les échantillons avec les fissures le plus larges présentent, néanmoins, une cinétique d'autocicatrisation plus importante traduite par une pente plus élevée de la courbe de variation du débit en fonction du temps.

2.3.3 Diffusion des ions chlore

La résistance à la diffusion aux ions chlore est un critère fondamental de définition de la durabilité d'un béton. Cette résistance diminue avec la fissuration. C'est pourquoi, des auteurs se sont intéressés à l'étude de l'effet de l'autocicatrisation sur la reprise de la résistance à la diffusion des ions chlore. Parmi ces auteurs, il y a Sahmaran et al. (2008) et Jacobsen et al. (1996).

Shahmaran (2008) a étudié cet aspect sur un béton contenant des cendres volantes fissuré par chargement mécanique de 70% et 90% de la charge ultime. Les échantillons sont ensuite conservés dans l'eau saturée par la chaux à 23° C. Les essais de diffusion des ions chlore sont faits à 0, 15 et 30 jours après la fissuration.

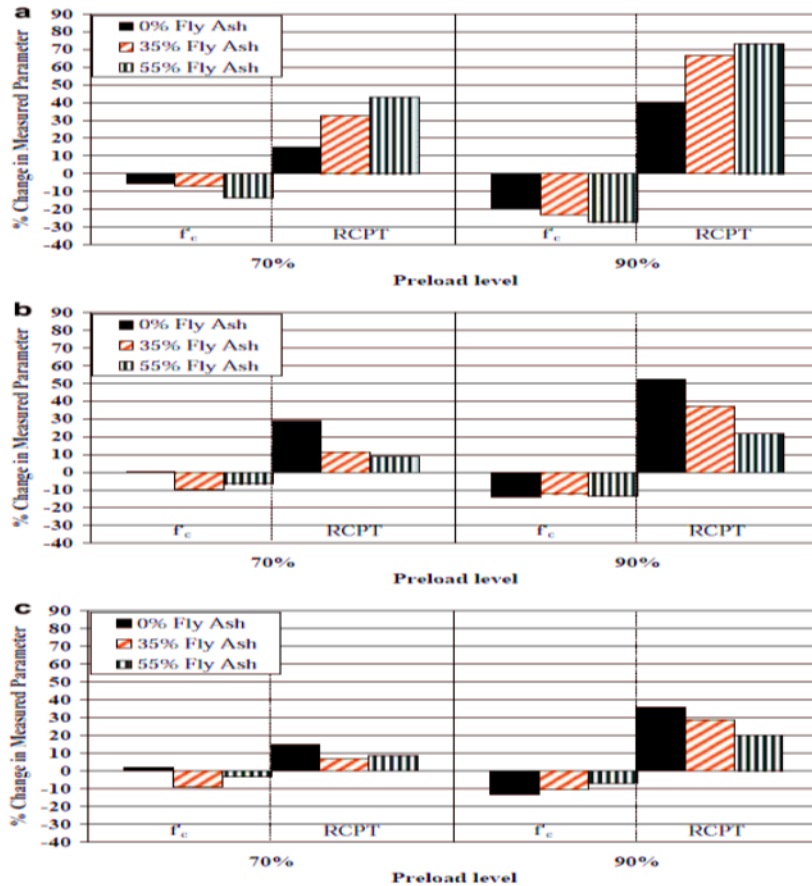


Figure 2-22. Évolution de la résistance et de la perméabilité aux ions chlore avec l'autocicatrisation, a) après fissuration, b) après 15 jours d'autocicatrisation, c) après 30 jours d'autocicatrisation (Sahmaran et al. 2008).

La fissuration a entraîné une augmentation de la perméabilité aux ions chlore qui varie selon la charge appliquée et la teneur en cendres volantes. Elle est plus élevée pour les échantillons chargés jusqu'à 90% de la charge ultime. Elle augmente aussi avec le taux d'ajout des cendres volantes. Pour un échantillon contenant 50% de cendres volantes chargé jusqu'à 90% de sa charge ultime, l'augmentation de la perméabilité aux ions chlore est d'environ 72% (Figure 2-22).

Après conservation dans l'eau, la différence par rapport à l'état initial (avant fissuration) diminue. Cette diminution est plus importante pour les échantillons contenant plus de cendres volantes.

Jacobsen et al. (1996) se sont intéressés à l'étude des échantillons de béton ordinaire. Les échantillons sont soumis, à l'âge de quatre mois, à des cycles de gels dégels qui ont engendré des microfissures. Ils sont par la suite conservés dans l'eau saturée en chaux pendant trois mois.

Des tests de pénétration des ions chlores ont été effectués avant et après autocicatrisation. La fissuration interne causée par le gel-dégel a augmenté le taux de pénétration des ions chlore de 2.5 à 7.9 fois et réduit le temps de pénétration à travers un échantillon d'épaisseur 15 mm de 64 à 0 heures. Après trois mois, l'autocicatrisation a réduit le taux d'immigration des ions chlore de 28 à 35% par rapport à l'état initial (après fissuration). Le temps de pénétration a également augmenté significativement (Figure 2-23).

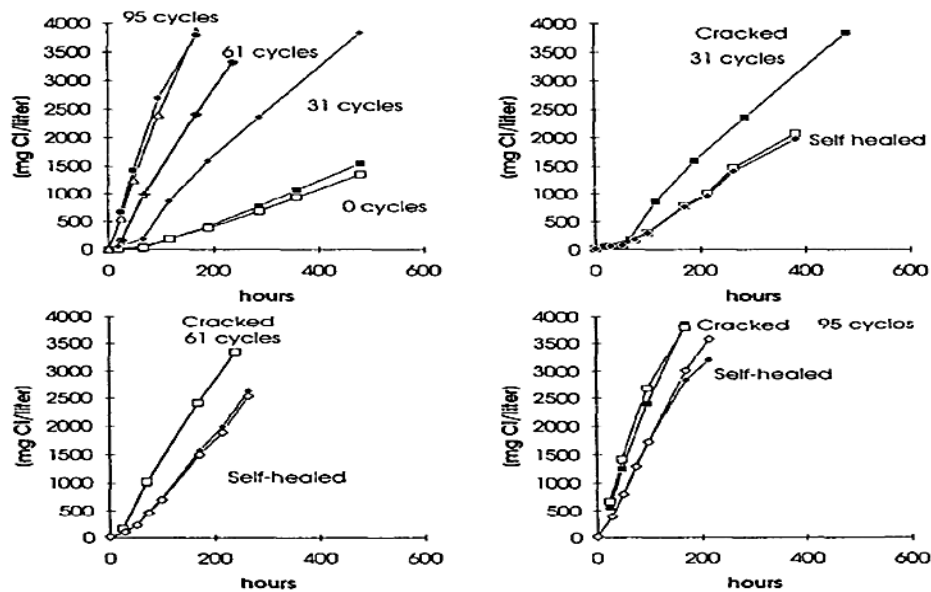


Figure 2-23. Effet de la fissuration et de l'autocicatrisation sur la migration des ions chlore (Jacobsen, Marchand, and Boisvert 1996).

2.4 Recouvrement des propriétés mécaniques après autocicatrisation

2.4.1 Récupération après des cycles de gel-dégel

Jacobson et Sellevold. (1996) ont étudié la capacité de récupération des propriétés mécaniques par autocicatrisation d'un béton qui a été soumis à des cycles de gel-dégel.

Des poutres de dimensions 10 x 10 x 34,5 cm ont été fabriquées avec six bétons différents. Les caractéristiques des bétons sont présentées par le Tableau 2-1.

Tableau 2-1. Caractéristiques des bétons étudiés par Jacobson et Sellevold. (1996)

Mix	w/c+s	s/c+s	Cement		$f_{c, start}$	Slump	Air (vol-%)		Aggregate	
			kg/m ³	type	MPa	cm	fresh	hard. 1)	kg/m ³	Type
030-08QD	0.30	0.08	469	HS	141	16	2.0	2.2	1650	quartzdiorite
030-08 LS	0.30	0.08	469	HS	111	16	2.1	1.4	1738	limestone
035-00	0.35	0	387	OP1	73	8	2.7	2.4	1921	granitic
040-00	0.40	0	432	OP2	74	20	1.6	2.0	1799	granitic
040-05	0.40	0.05	409	OP2	83	19	2.0	2.3	1782	granitic
040-05A	0.40	0.05	411	OP2	73	21	5.1	4.2	1703	granitic

1) Measured by pressure saturation with 10 MPa after drying and saturation by capillary suction

Les poutres ont été soumises à l'essai rapide de gel-dégel conformément à la norme ASTM C666 A. Ensuite, elles sont conservées dans l'eau à 20° C pendant 2 à 3 mois.

Les poutres sont soumises pendant le test de gel-dégel et après l'autocicatrisation à des mesures de fréquences de résonnance. Les mesures de résonnance pour ces échantillons sont présentées par le Tableau 2-2.

Tableau 2-2. Variations des fréquences de résonnance des bétons soumis aux cycles de gel/dégel et cicatrisés étudiés par Jacobson et Sellevold. (1996)

Mix	Start freeze/thaw	End freeze/thaw Hz (%)	Self healed
030-08QD	3300 (100)	2875 (87)	3275 (99)
030-08 LS	2875 (100)	2050 (71)	2800 (97)
035-00	3200 (100)	1500 (47)	2980 (93)
040-00	2850 (100)	2040 (72)	2800 (98)
040-05	2830 (100)	1360 (48)	2400 (85)
040-05A	2780 (100)	1850 (67)	2475 (89)

Des cubes de 10 cm prélevés sur les poutres des trois derniers mélanges sont soumis à des essais de compression. Les résultats des essais sont présentés au **Tableau 2-3**.

Tableau 2-3. Variation des résistances à la compression des bétons étudiés par par Jacobson et Sellevold. (1996)

Concrete	1) Before freeze/thaw	2) Immediately after freeze/thaw	3) Self healed in water
040-00	62.4 (100)	49.0 (-22)	51.3 (+ 4)
040-05	73.7 (100)	52.6 (-29)	55.9 (+ 5)
040-05A	59.2 (100)	44.5 (-25)	47.6 (+ 5)

Les cycles de gel-dégel ont réduit la fréquence de résonnance de 28 à 52 %. L'autocicatrisation a permis une récupération de 85 à 98 % des valeurs initiales. La perte de résistance à la compression est de 22 à 29 % mais la récupération après autocicatrisation est de seulement 4 à 5 %. Jacobsen et Sellevold (1996) affirment que la fréquence de résonnance n'est pas corrélée à la résistance de compression en cas d'un béton autocicatrisé.

2.4.2 Récupération après pré-chargement excessif

Le potentiel de recouvrement, par autocicatrisation, de la résistance à la compression d'un béton soumis à un préchargement important (90 % de la charge ultime) a fait l'objet de

l'étude de Sahmaran et al. (2008). L'étude a montré que le recouvrement des propriétés dépend de la formulation du béton et que, par exemple, un béton contenant 55% de remplacement en cendre volante peut récupérer jusqu'à 20% de sa résistance à la compression après 30 jours de cure dans l'eau.

2.5 Développement des bétons autocicatrisants

Le corps d'un être vivant est doté de la capacité de se refermer les entailles, les blessures et même les cassures d'os, et ce d'une manière autogène sans aucune intervention externe. Ce même phénomène se produit avec les matrices cimentaires. On parle dans ce cas de l'autocicatrisation autogène. Actuellement, les mécanismes de la cicatrisation autogène des matériaux cimentaires ainsi que la cinétique de développement et les paramètres d'influence sont assez bien compris. Les effets positifs du colmatage des fissures par les mécanismes de l'autocicatrisation naturelle ont également été démontrés. Certaines limites de ces effets ont toutefois été définies. En effet, l'autocicatrisation autogène se produit principalement pendant les premiers 6 mois après la fissuration en présence de l'eau dans la fissure. De plus, il a été démontré que la cicatrisation est plus importante pour les fissures les plus fines notamment celles dont l'ouverture initiale ne dépasse pas les 100 μm . Plus les fissures sont larges plus la cinétique d'autocicatrisation est lente et moins le taux de colmatage est important (Argouges and Gagné 2010).

Avec la compréhension de la cicatrisation autogène, il est devenu possible d'aller de l'avant et de développer des bétons ayant une capacité de cicatrisation de plus en plus importante. Ces développements peuvent prendre plusieurs directions. Ils ont pour objectif de compléter les lacunes dans le processus de recouvrement de performances dans les matériaux cimentaires. Ce processus comprend trois composantes : l'autocicatrisation naturelle, l'autocicatrisation activée par l'incorporation de certains ajouts qui permettront de limiter l'ouverture des fissures et de promouvoir les mécanismes d'autocicatrisation en fournissant les réactifs nécessaires et l'autoréparation par incorporation des agents de réparation encapsulés, d'alliages à mémoire de forme ou par bio-cicatrisation. L'autoréparation est déclenchée par l'ouverture des fissures (Tableau 2-4).

Tableau 2-4. Composantes du processus de recouvrement des performances des matériaux cimentaires

Composantes	Mécanismes	Évolution
Autocicatrisation naturelle	Hydratation différée du ciment anhydre résiduel Carbonatation	Potentielle
Autocicatrisation activée	La réaction pozzolanique des ajouts cimentaires Fibres Agent expansifs Géo matériaux	Accrue
Autoréparation	Micro capsules, micro-tubes Alliages à mémoire de forme Bio-cicatrisation	

Il faut néanmoins garder à l'esprit que si un agent de cicatrisation (qui peut être de différentes natures) est utilisé pour améliorer la capacité de cicatrisation d'un béton, celui-ci doit répondre à certains critères :

- La capacité d'amplifier les mécanismes de cicatrisation ou, idéalement, de sceller directement les fissures aussitôt qu'elles apparaissent
- L'efficacité à long terme : les produits de cicatrisation doivent être stables et étanches. Et le processus d'autocicatrisation doit pouvoir se produire chaque fois qu'une fissure apparaît à n'importe quel âge du béton
- L'agent de cicatrisation doit être incorporé dans le béton lors de la fabrication et il doit résister au processus de malaxage, transport et mise en place.
- L'incorporation de l'agent de cicatrisation dans le matériau cimentaire ne doit pas avoir un impact sur les propriétés de ce dernier à l'état frais ou à l'état durci
- Le coût de l'agent lui-même ainsi que les coûts supplémentaires de son incorporation dans le béton doivent rester raisonnables

En se basant sur ses critères, différentes approches de développement de bétons à fort potentiel d'autocicatrisation sont proposées dans la littérature :

- La biocicatrisation
- Les microcapsules et les micro-tubes
- Les fibres

- Les réactifs internes

Les détails de chaque approche ainsi que ses effets sur le potentiel de cicatrisation du béton sont développés dans les paragraphes ci-après.

2.5.1 La biocicatrisation

La biominéralisation désigne la production de minéraux par des organismes vivants, qu'ils soient des animaux, des végétaux, des bactéries... Plusieurs minéraux biogéniques ont déjà été recensés dans le monde du vivant, où ils servent entre autres à la construction de squelettes externes, de coquilles ou d'os. La biominéralisation peut donc être utilisée pour soutenir un organisme, mais aussi pour l'aider à se défendre. La production des minéraux par un organisme est donc commandée par ces besoins vitaux.

Ces dernières décennies la précipitation de calcite due à la présence et le métabolisme des bactéries été exploité dans la réparation et la consolidation des surfaces des ornements des constructions historiques en pierres de calcaire (de Rooij et al. 2013). Cette méthode a permis de générer de la calcite fortement compacte et compatible avec le calcaire des pierres. Cette technique commence à être exploitée dans le domaine de réparation de matériaux cimentaires. En effet, des études récentes ont démontré un potentiel prometteur de la biocicatrisation pour le traitement des fissures.

Plusieurs programmes d'études visant à optimiser et à industrialiser des procédés de traitement de fissures par biocicatrisation ont été mis en place. En effet, si le pouvoir calcifiant de certaines bactéries avait été clairement établi en laboratoire, il restait à démontrer la viabilité de celles-ci et le maintien de leurs performances, en situation réelle, extérieure mais également leur adaptation à une utilisation industrielle.

Parmi les premiers à avoir travaillé sur la biocicatrisation des fissures du béton par les bactéries on trouve Ramachandran et al. (2001). Les fissures des échantillons en béton fissuré ont été remplies d'un mélange de sable, bactérie et nutriments pour les bactéries. Les échantillons ont montré une nette amélioration de la résistance à la compression par rapport aux échantillons non traités par les bactéries. Des résultats semblables ont été obtenus par Ashal (2010). Des fissures ont été traitées par les souches bactériennes *Bacillus sp* et *S.*

pasteurii. Le traitement a permis d'augmenter la résistance à la compression de 40%. La précipitation de calcite dans les fissures est toutefois plus importante à la surface des fissures. L'auteur l'explique par le fait que les souches bactériennes sont plus actives en présence d'oxygène. De plus, l'activité de ces bactéries alcaliphiles (milieu optimum de croissance est de pH 9) est altérée par la forte alcalinité du béton (pH de 12 à 13).

Van Tittelboom et al. (2010) ont proposé une technique pour protéger les souches bactériennes utilisées (*Bacillus sphaericus*) contre l'agressivité du milieu cimentaire). Les bactéries sont immobilisées dans un gel de silice. La préparation est introduite dans des fissures standardisées (ouverture de 0,3 mm et profondeur de 10 mm ou 20 mm) et des fissures naturelles du béton par une seringue. Ensuite les échantillons traités sont placés, pendant 3 jours, dans une solution de calcium et urée qui favorise la précipitation de carbonate de calcium dans les pores de gel de silice et permet le colmatage des fissures. Ce traitement a été efficace pour le colmatage, au bout de 3 jours de fissures dont l'ouverture initiale est de 0,01 à 0,9 mm (Figure 2-24).

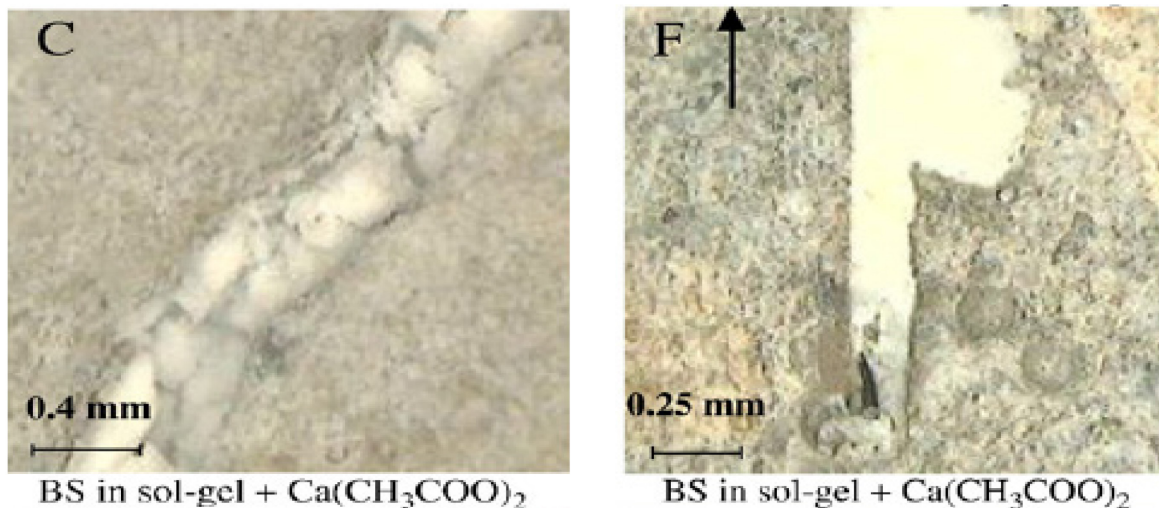


Figure 2-24. Aspect visuel des fissures cicatrisées par *Bacillus sphaericus* immobilisée dans le gel de silice ; gauche : surface, droite : coupe longitudinale.

Cette approche de traitement de fissures par injection d'un gel de silice mélangé à des souches bactériennes a donné des résultats prometteurs au laboratoire. En situation réelle, cette approche n'est pas évidente à appliquer sur des fissures d'un ouvrage en béton.

Dans la littérature d'autres solutions ont été proposées pour protéger les bactéries dans les matériaux cimentaires et augmenter leur viabilité en vue d'augmenter leur efficacité en tant qu'agent de cicatrisation. Wiktor et al. (2011) proposent l'immobilisation des bactéries dans des agrégats poreux. Ces agrégats sont imbibés dans une solution bactérienne contenant également des nutriments pour les bactéries. Ils sont introduits dans le béton en remplacement des agrégats ordinaires. Ils serviront de réservoir pour les bactéries jusqu'à la formation d'une fissure. Il s'agit des particules d'une argile poreuse expansée. Les particules d'argile sont imbibées deux fois, sous vide, dans une solution de lactate de calcium et de la souche bactérienne *Bacillus alkalinitrilicus*. Ensuite, les granulats d'argile sont séchés dans une étuve à 37°C pendant 5 jours. Les particules obtenues contiennent 6% (de la masse) de lactate de calcium et $1,7 \times 10^5$ particules de la souche bactérienne. Le Tableau ci-dessous présente la composition du mortier contenant les granulats d'argile imbibés de solution bactérienne (désignés par l'abréviation LWA).

Tableau 2-5. Composition du mortier contenant les granulats d'argile poreux imbibés de solution bactérienne [Wiktor et Jonkers, 2011]

Ingredients	Weight (g)
Cement	384
Water	192
Fine aggregates (0.125–1 mm)	929
LWA (1–4 mm)	292
W/C ratio	0.5

Des échantillons de dimensions 4 x4 x16 cm ont été fabriqués et conservés pendant 56 jours en cure humide. Ensuite, ils sont fissurés à l'aide d'un essai de traction uni-axial. Les fissures obtenues ont des ouvertures allant de 0,05 à 1 mm. Les échantillons sont ensuite mis dans des bacs remplis d'eau (hauteur d'eau au-dessus de l'échantillon est de 3,5 cm) et ouverts pour permettre les échanges d'oxygène et de dioxyde de carbone entre l'air ambiant et l'eau. En observant les échantillons au stériomicroscope les auteurs ont constaté qu'à 100 jours d'incubation dans les bacs d'eau, des fissures, dont l'ouverture initiale allant jusqu'à 0,4 mm ont été complètement cicatrisées (Figure 2-25).

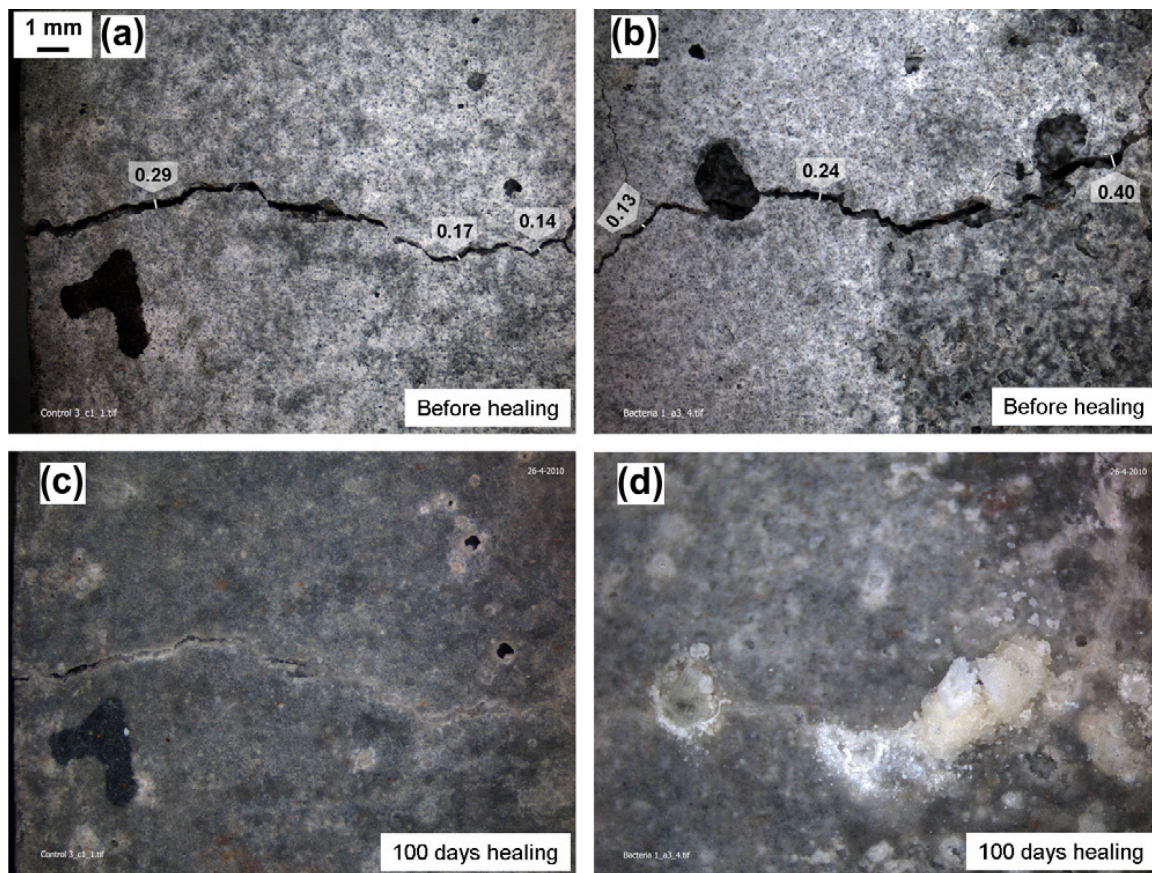


Figure 2-25. Images stériomicroscopiques de fissures cicatrisées ; échantillon témoin avant (a) et après (c) cicatrisation, échantillon contenant les bactéries avant (b) et après (d) cicatrisation (Wiktor and Jonkers 2011)

D'autres études ont porté sur l'utilisation de terre diatomée comme support et réservoir des bactéries et des nutriments. En effet, la terre diatomée est une roche sédimentaire siliceuse tendre et facilement effritée en une poudre fine dont la taille des particules est comprise entre 1 μm et plus de 1 mm. Chimiquement, la terre diatomée est composée de 80-90% de silice, 2-4% d'aluminium et de 0,5-2% d'oxyde de fer. Il s'agit, en fait de restes de diatomées fossilisées fortement poreuses légères et chimiquement stables et inertes. Wang et al. (2012) ont étudié les perspectives de l'utilisation de ce matériau comme support des bactéries dans les matériaux cimentaires.

L'activité d'une souche bactérienne (*Bacillus Sphaericus*) adsorbée à de la terre diatomée a été, d'abord, testé dans une suspension de ciment de pH de 12,5. Un mélange composé de cellules bactériennes, eau et nutriments (urée et levure) est ajouté à la suspension cimentaire. L'activité bactérienne est ensuite suivie en mesurant la variation de la quantité d'urée dans la

suspension. Le résultat montre que les bactéries contenues dans la terre diatomée ont décomposé une quantité importante d'urée. Alors qu'aucune variation de la quantité d'urée n'est observée dans le cas témoin où de la terre diatomée sans bactérie est mise dans la suspension cimentaire. Ces résultats prometteurs ont été suivis des essais d'incorporation de la terre diatomée contenant les bactéries et les nutriments dans un mortier. La terre à diatomée est ajoutée en remplacement de ciment. Des échantillons sont fabriqués et fissurés à 7 jours par un essai de flexion trois points. Les ouvertures des fissures obtenues sont de 0,15 à 0,17 mm. Deux échantillons sont ensuite mis dans l'eau et deux autres dans une solution d'urée et de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_3$. La conservation dans ces deux milieux de cure a duré 40 jours. La figure 26 montre l'aspect visuel des fissures des échantillons contenant la terre diatomée sans bactéries : (a) conservé dans l'eau et (b) conservé dans la solution (urée + $\text{Ca}(\text{NO}_3)_3$), et des fissures des échantillons contenant la terre diatomée avec les bactéries : (c) conservé dans l'eau et (d) conservé dans la solution (urée + $\text{Ca}(\text{NO}_3)_3$). La fissure de l'échantillon avec la terre diatomée contenant les bactéries conservées dans la solution (urée + $\text{Ca}(\text{NO}_3)_3$) est parfaitement colmatée.

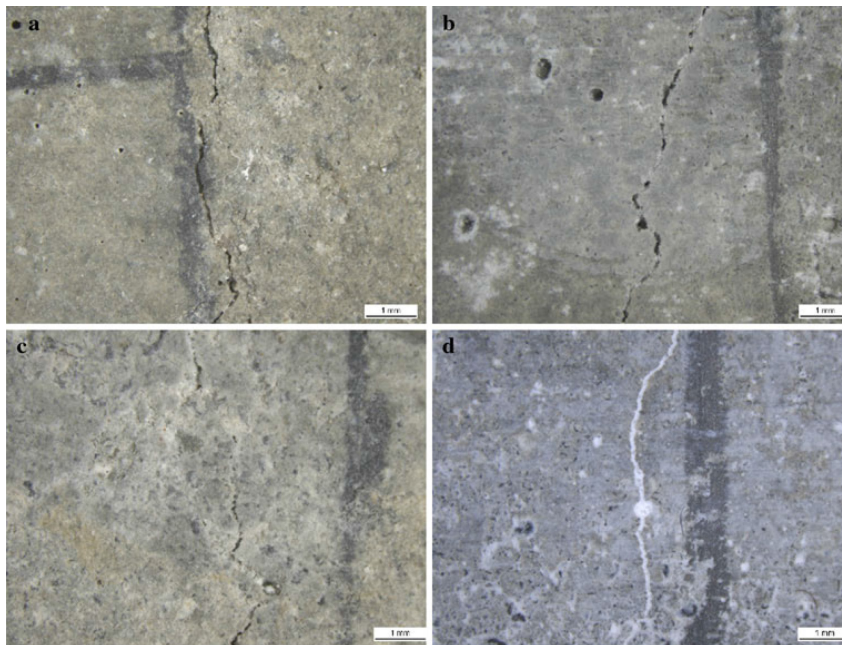


Figure 2-26. l'aspect visuel des fissures des échantillons contenant la terre diatomée sans bactéries : (a) conservé dans l'eau et (b) conservé dans la solution (urée + $\text{Ca}(\text{NO}_3)_3$), et des fissures des échantillons contenant la terre diatomée avec les bactéries : (c) conservé dans l'eau et (d) conservé dans la solution (urée + $\text{Ca}(\text{NO}_3)_3$) (J. Y. Wang, De Belie, and Verstraete 2012)

Des mesures de l'absorption capillaire d'eau ont été faites sur les fissures isolées en couvrant les échantillons séchés par une peinture imperméable ne laissant qu'une surface de dimensions 40 mm x 20 mm autour de la fissure. Les variations de l'absorption de l'eau en fonction de temps sont présentées par la Figure 2-27. On constate que l'absorption d'eau est beaucoup plus rapide dans les échantillons contenant la terre diatomée sans les bactéries (DE,W et DE,M) que pour ceux avec terre diatomée et bactéries (DEBS,W et DEBS,M).

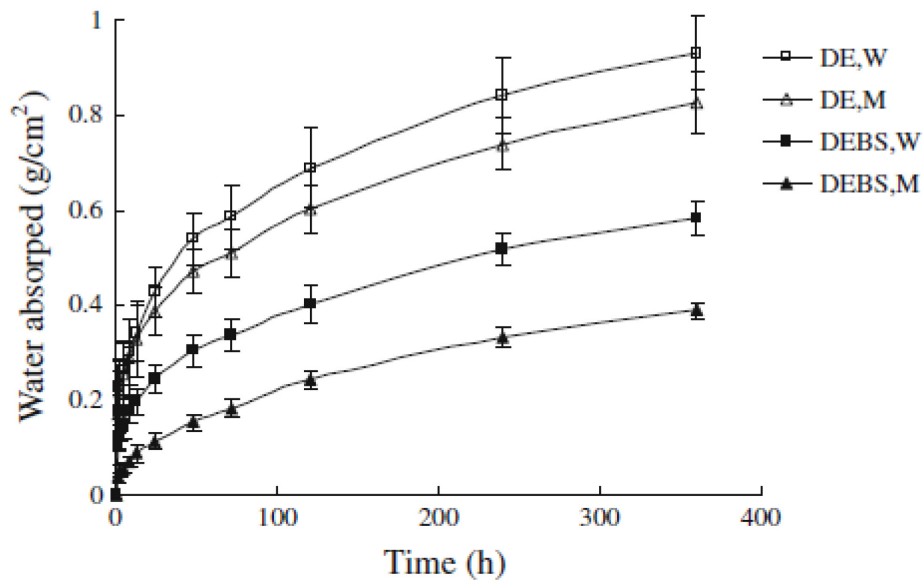


Figure 2-27. Variations de l'absorption de l'eau en fonction de temps des échantillons avec terre diatomée cicatrisés (J. Y. Wang, De Belie, and Verstraete 2012)

Une autre solution a été proposée dans la littérature pour protéger les bactéries des milieux fortement alcalins des matériaux cimentaires et pour leur procurer les nutriments nécessaires pour subsister jusqu'à l'ouverture d'une fissure. D'autres études de Wang et ces collaborateurs (J. Wang et al. 2012) ont proposé l'encapsulation des bactéries et une solution de nutriments et de calcium avec du gel de silice du polyuréthane dans des micro-tubes en verre (Figure 2-28). Les capsules sont placées dans un mortier et des échantillons (60 mm x 60 mm x 220mm) sont coulés. Après deux semaines de cure, les échantillons sont fissurés par un essai de flexion trois points contrôlé. La fissuration du mortier entraîne la brisure des capsules en verre. En premier lieu, il se produit la polymérisation du gel de silice ou du polyuréthane dans la fissure. Ensuite, les bactéries libérées avec la solution nutritive est les

ions calciums activent la précipitation des cristaux de calcites dans les pores du polymère formé consolidant ainsi le colmatage des fissures. Cette approche a permis un regain de résistance à la flexion d'environ 60% après seulement une semaine de conservation à 20°C et 90% de H.R.



Figure 2-28. Tubes contenant les bactéries avec ; à gauche du gel de silice, à droite avec du polyuréthane (J. Wang et al. 2012).

Une autre approche d'encapsulation a été proposée par le même auteur plus tard (J. Y. Wang et al. 2014). Les souches bactériennes sont encapsulées, cette fois, seules via un processus de micro-encapsulation basé sur une réaction de polycondensation. Le matériau utilisé pour les capsules est à base de mélamine, il contient également une substance inerte pour protéger les bactéries. La taille des microcapsules est de 5 μm (Figure 2-29).

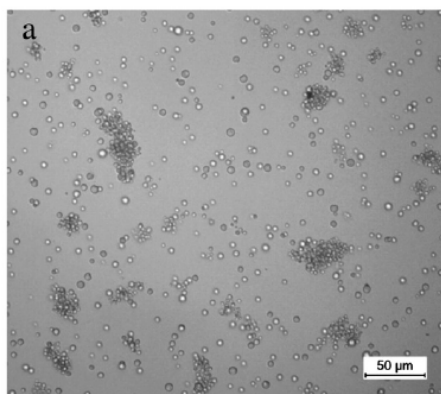


Figure 2-29. aspect visuel des microcapsules de mélamine contenant les bactéries (J. Y. Wang et al. 2014)

L'incorporation de ces bactéries dans un mortier a contribué à l'amélioration de son potentiel d'autocicatrisation. Cette amélioration a été observée sur l'aspect visuel des fissures ainsi que sur la perméabilité à l'eau des échantillons cicatrisés. Les échantillons contenant les microcapsules avec les bactéries montrent un taux de cicatrisation plus important que celui des échantillons sans bactéries : 48% à 80% pour les échantillons avec les bactéries micro encapsulées contre 18% à 50% pour les échantillons sans bactéries. L'ouverture maximale d'une fissure cicatrisée grâce à l'activité des bactéries encapsulées est de 970 μm .

Toutes ces approches proposées semblent prometteuses considérant les résultats intéressants qu'elles ont montrés dans les études au laboratoire. Le défi reste dans la phase de développement de tels bétons autocicatrisants dans des situations réelles. Toutes ces approches nécessitent de trouver un moyen d'incorporer ces composés dans la matrice du béton : comment les introduire et quelle quantité introduire pour avoir une bonne capacité de cicatrisation ? Les couts de l'utilisation de ces approches à l'échelle réelle seront raisonnables ? Et finalement, ces solutions proposées seront-elles fiables in-situ à long terme considérant l'agressivité du milieu cimentaire sur les bactéries?

2.5.2 Fibres

Les toutes premières études de l'autocicatrisation des matrices cimentaires ont montré que celle-ci est plus rapide et plus complète pour les fissures les plus petites. En effet, les bétons ordinaires et les bétons à haute performance sont capables de s'auto colmater les fissures les plus fines ($< 100 \mu\text{m}$) plus rapidement et plus efficacement. Dans la littérature, on trouve plusieurs études de l'effet du renforcement du béton par des fibres sur l'autocicatrisation.

Parmi les auteurs qui ont travaillé sur cette approche, on trouve Li et Yang (2007). Ils ont proposé d'utiliser un composite cimentaire fibré pour restreindre les ouvertures des fissures et augmenter par conséquent le potentiel d'autocicatrisation. Ils ont tout d'abord utilisé des fibres en polyéthylène (PE) ensuite ils ont opté pour des fibres en alcool polyvinyle (PVA). Les composites cimentaires fibrés sont conçus pour éviter la rupture fragile du béton et favoriser plutôt une microfissuration distribuée. Les microfibres adhèrent à la matrice cimentaire et viennent compenser sa faible résistance à la traction. Dans le béton fibré l'ouverture des fissures ne dépasse pas 70 μm pour une déformation allant jusqu'à 4%.

Avec la réduction des ouvertures des fissures, les fibres elles-mêmes participent à l'activation de la formation des produits de colmatage. En effet, les fibres qui interceptent les fissures diminuent le volume de celles-ci. Ce qui ralentit la circulation de l'eau et facilite par conséquent la précipitation des produits.

La nature des fibres a un effet sur le développement de l'autocicatrisation. Ceci a été démontré par l'étude de Homma et al. (2009). L'étude a porté sur un béton contenant les fibres en acier (FRCC(SC)), un béton contenant les fibres PE (FRCC(PE)) et un béton hybride contenant les deux types de fibres (HFRCC). Les fibres en acier ont un diamètre de 0,4 mm et une longueur de 32 μm et les fibres en PE ont un diamètre de 12 μm et une longueur de 6 mm (Figure 2-30).

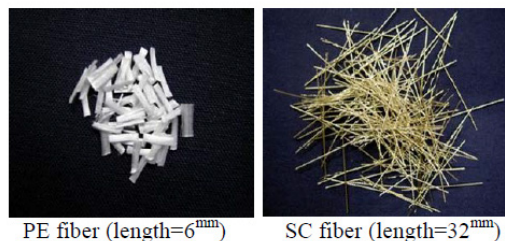


Figure 2-30. Fibres en PE (gauche) et fibres en acier (droite)

Des échantillons de chaque béton sont fissurés après une semaine de cure. Les fissures sont ensuite observées à différents stades de cicatrisation.

L'observation au microscope à 0, 3, 14 et 28 jours de cicatrisation a montré que les fibres d'acier sont les moins efficaces pour l'autocicatrisation. Elles se corrodent et ont moins de probabilité d'intercepter les fissures (l'incorporation des fibres se fait en % de masse et les fibres d'acier sont plus lourdes que les fibres de PE). Après seulement trois jours, des produits de cicatrisation commencent à se former dans les fissures des échantillons FRCC(PE) et celles des échantillons HFRCC. Toutefois, les fissures des échantillons HFRCC se colmatent à un rythme moins soutenu que celles des échantillons FRCC(PE) (Figure 2-31).

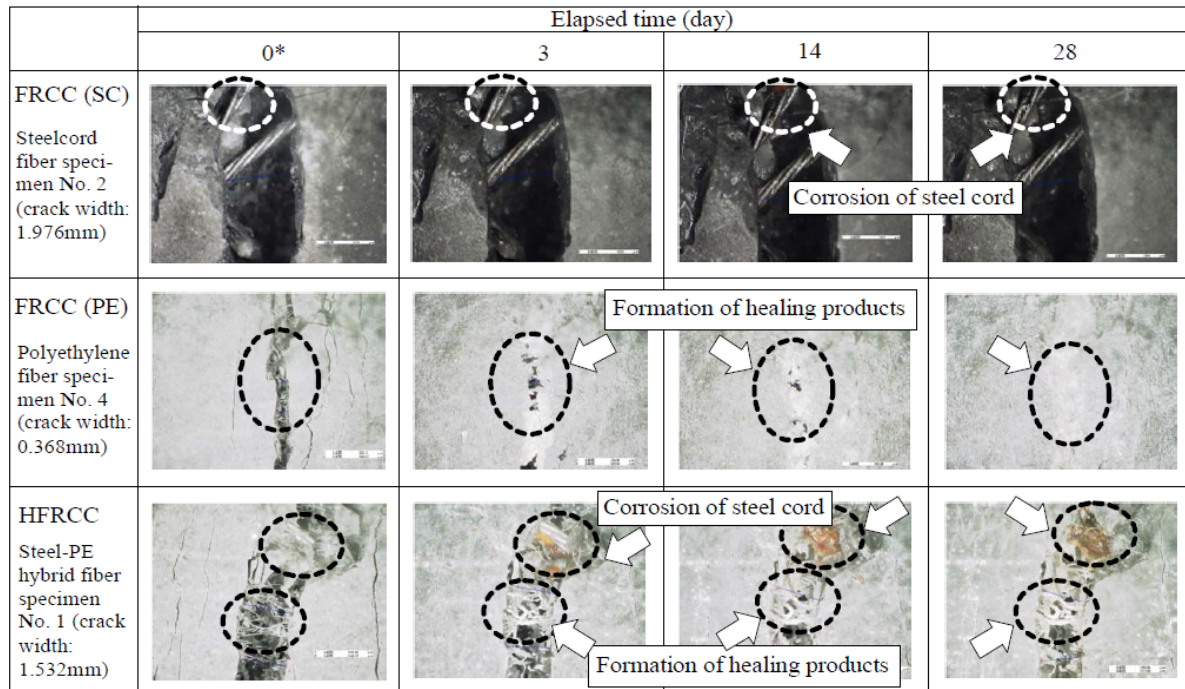


Figure 2-31. Observation au microscope de la précipitation des produits de colmatage en fonction de temps (Homma, Mihashi, and Nishiwaki 2009).

Les auteurs expliquent l'influence positive des fibres PE sur l'autocicatrisation d'abord par le nombre plus important de fibres dans le béton FRCC(PE) ensuite par le fait que les groupes hydroxyles attachés à la structure des fibres PE attirent les ions calcium ce qui accélère la précipitation des cristaux de calcite.

D'autres solutions plus innovantes, basées sur l'utilisation de fibres réactives ou des fibres à mémoire de forme ont été proposées. Le mécanisme de cicatrisation mis en jeu dans ce cas est mécanique. Les fibres, tendues par l'ouverture des fissures vont se contracter engendrant ainsi la fermeture des fissures. Parmi les approches proposées, on distingue celles basées sur l'utilisation des fibres en alliages ayant un comportement super élastique dits des alliages à mémoire de forme.

2.5.3 Agents de cicatrisation encapsulés

Une des solutions proposées pour améliorer le potentiel d'autocicatrisation du béton est l'introduction d'agents autocicatrisants dans la matrice cimentaire qui s'activent par l'ouverture d'une fissure. Ces matériaux peuvent être une résine ou un polymère. Ils sont introduits dans le matériau cimentaire lors du malaxage dans des tubes ou des capsules

constitués d'un matériau fragile tel que le verre ou la porcelaine. Van Tittelboom et al. (2011). ont proposé l'introduction de tubes contenant des produits de cicatrisation dans le béton frais. Les tubes sont fabriqués de verre ou de céramique. Ils sont facilement cassés lors de la production de la fissure (Figure 2-32). L'agent cicatrisant introduit dans les tubes est un polymère de polyuréthane qui augmente de volume en contact avec l'eau. Cette technique a permis de réduire la perméabilité à l'eau avec un facteur de 10^2 à 10^4 par rapport aux échantillons témoins ne comportant pas d'agent d'autocicatrisation.

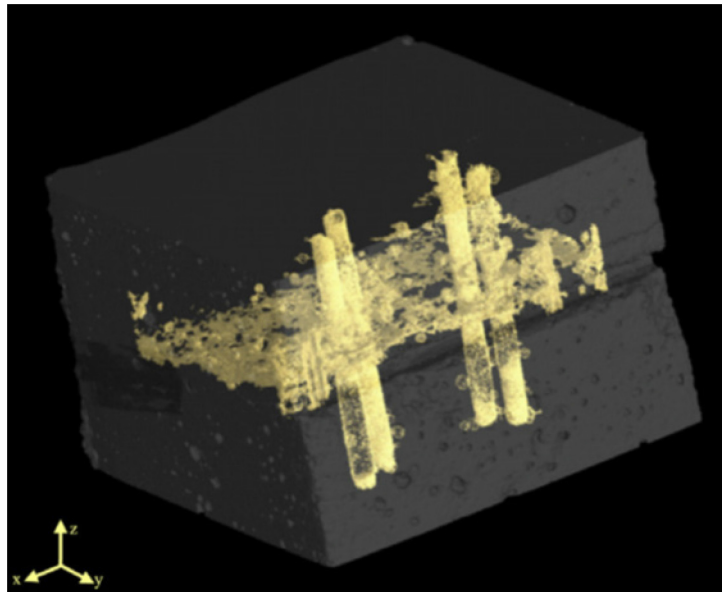


Figure 2-32. Visualisation des tubes qui passent à travers une fissure (Van Tittelboom et al. 2011).

Des études ont également été menées par Zemskov et al. (2011) pour déterminer la probabilité qu'une fissure traverse une capsule d'agent cicatrisant. Deux modèles ont été élaborés. Les fonctions proposées permettent de combiner différentes longueurs de fissures, tailles de capsules et distances entre les capsules pour pouvoir estimer le potentiel d'autocicatrisation du matériau.

2.5.4 Réactifs internes

Parmi les approches proposées dans la littérature pour augmenter la capacité d'autocicatrisation d'un béton, on trouve plusieurs basées sur l'augmentation de la teneur en réactifs latents de la matrice cimentaire. Ces réactifs peuvent être des pouzzolanes, des ajouts cimentaires, des agents expansifs ou des polymères. Leur contribution au développement de l'autocicatrisation peut être directe ou indirecte :

- Directe : les réactifs ajoutés au béton lors de malaxage restent inactifs durant tout le processus de fabrication, de mise en place et de durcissement. Ils restent également inactifs dans le béton durci jusqu'à l'apparition des fissures. L'ouverture de la fissure permet à un catalyseur (généralement il s'agit de l'eau) d'atteindre le réactif et de l'activer, déclenchant ainsi la formation de produits de cicatrisation dans la fissure.
- Indirecte : les réactifs ajoutés au béton lors de malaxage réagissent dans la matrice en formant des hydrates. Ces hydrates vont par la suite se lixivier dans la solution interstitielle fournissant ainsi les ions nécessaires pour certains mécanismes de cicatrisation (carbonatation, formation de produits expansifs). Ces ions sont ramenés vers les fissures par le moyen de transferts hydriques.

a. Cendres volantes

Les cendres volantes continuent à s'hydrater après 28 jours. Des hydrates continuent donc à se former compactant ainsi la microstructure de la matrice cimentaire et colmatant éventuellement les micro-fissures.

Sahmaran et ses collaborateurs (2008) et Termkhajornkit et ses collaborateurs (2009) ont proposé l'utilisation de cendres volantes en remplacement de ciment, avec de taux important 25% à 55%, pour augmenter la capacité d'autocicatrisation des bétons, surtout à jeune âge.

L'étude de Sahmaran a porté sur des bétons autoplaçants avec différents taux de remplacement de ciment (0%, 35% et 55%). Des échantillons cylindriques de chaque béton sont coulés, conservés dans de l'eau saturée en chaux pendant 28 jours et enfin fissurés via un essai de compression simple. Les échantillons sont préchargés jusqu'à 70% et 90% de leurs résistances ultimes à la compression. Des microfissures se forment dans les échantillons préchargés. Le taux de fissuration est estimé en évaluant la dégradation des

propriétés mécaniques (résistance à la compression) et les propriétés de transfert (perméabilité aux ions chlore, siroptivité, vitesse des ondes ultrasoniques). Les échantillons fissurés sont conservés dans l'eau.

Un suivi des échantillons fissurés tous les 15 jours montre une récupération importante des propriétés mécaniques ainsi qu'une récupération encore plus importante des propriétés de transfert des échantillons contenant des volumes importants de cendres volantes.

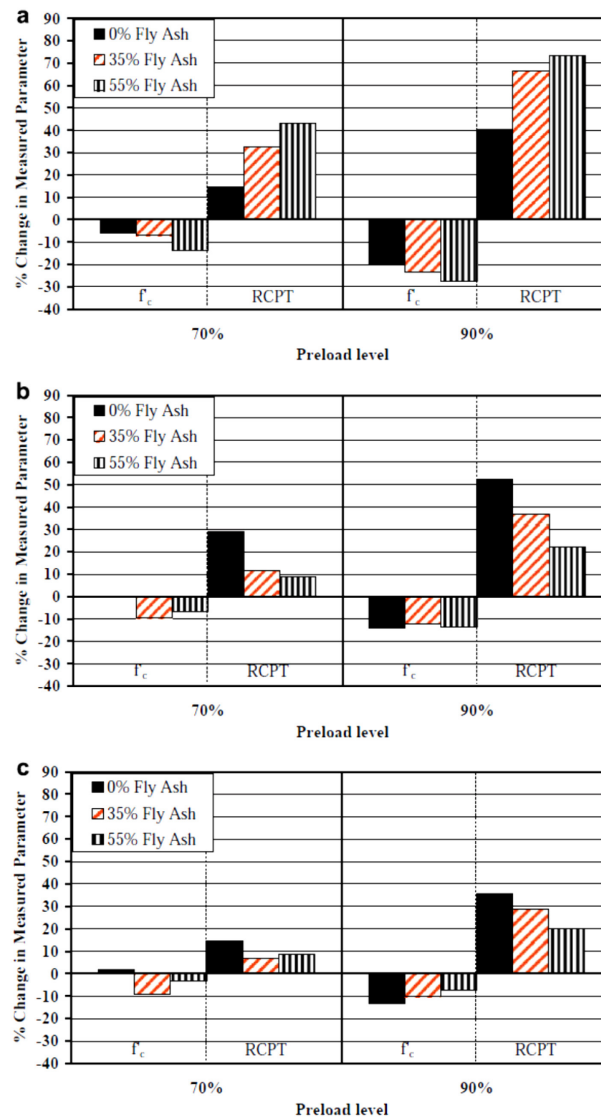


Figure 2-33. Évolution de la résistance à la compression et de la perméabilité aux ions chlore : (a) après fissuration, (b) après 15 jours de conservation dans l'eau, (c) après 30 jours de conservation dans l'eau (Sahmaran et al., 2008)

Un échantillon de béton contenant 55% de cendres volantes préchargé jusqu'à 90% de sa charge ultime a perdu 27% de sa résistance à la compression. Après un mois de conservation dans l'eau, la perte de résistance par rapport à l'état initial (avant la fissuration) est de seulement 7% contre une variation de ce taux de 19 % à 13% pour un échantillon témoin (sans cendres volantes). La perméabilité aux ions chlore a augmenté de plus de 70% après la fissuration. Après un mois de conservation dans l'eau, cette augmentation est réduite à seulement 20%. La variation de la perméabilité aux ions chlore d'un échantillon témoin est de 40% après la fissuration à 35% après un mois de conservation dans l'eau (Figure 2-33). Ces résultats indiquent une autocicatrisation substantielle dans les échantillons contenant de grands volumes de cendres volantes. Sahmaran et al. l'expliquent par le colmatage des fissures par du gel C-S-H provenant de la réaction pozzolanique tardive (après 28 jours) des cendres volantes.

Termkhajornkit et al. (2009) se sont intéressés à l'étude des effets de l'incorporation de volumes importants de cendres volantes sur l'autocicatrisation des microfissures dues à aux retraits endogènes et aux retraits de séchages. Ces fissures se produisent à jeune âge (avant 28 jours). Dans cette étude, l'autocicatrisation est évaluée en suivant la variation de la porosité des échantillons de pâtes de ciment et de cendres volantes.

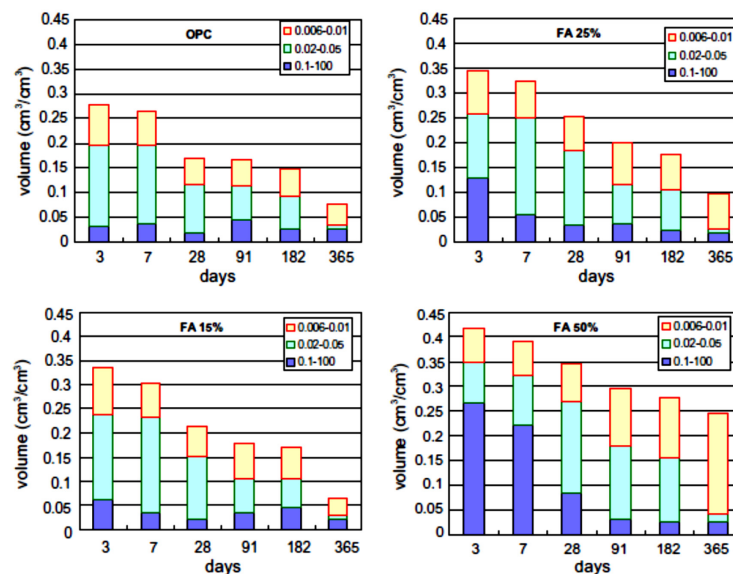


Figure 2-34. Évolution des pores de gel, des pores capillaires et des macro-pores des pâtes (Termkhajornkit et al. 2009).

Termkhajornkit et al. considèrent les micro-fissures de retrait comme faisant partie des macropores. La figure 34 montre que l'augmentation de la quantité de cendres volantes dans la pâte entraîne une augmentation de sa porosité totale. A jeune âge, environ deux tiers du volume de la porosité de la pâte contenant 50% de cendres volantes consiste à des macropores. La porosité totale de cette pâte diminue avec les temps et le volume de la macroporosité diminue considérablement laissant place à une porosité de gel beaucoup plus importante. Ceci implique que la macroporosité, qui contient entre autres les micro-fissures de retrait, est comblée par la formation de gel C-S-H par la réaction pozzolanique différée de la cendre volante.

b. Agents expansifs

Le colmatage d'une fissure d'une matrice cimentaire peut être accompli par formation d'un produit expansif. L'importance de ce mécanisme d'autocicatrisation vient du fait que la disponibilité d'un faible volume de réactifs dans la fissure permet de produire suffisamment de substance pour colmater la fissure. Ahn et Kishi (2010) ont développé un béton ayant un potentiel très élevé d'autocicatrisation en incorporant des mélanges minéraux à base d'un géo-matériau expansif, d'un agent expansif et des additions chimiques. Le géomatériau est composé principalement de SiO_2 (71,3%) et de Al_2O_3 (15,4%). Son volume du augmente 15-18 fois par rapport à son volume à sec quand il est mis en contact avec de l'eau. Il s'agit de la montmorillonite qui est une argile minérale expansive. L'agent expansif est composé de $\text{C}_4\text{A}_3\bar{5}$, de CaSO_4 et de CaO . Les additions chimiques sont des carbonates : NaHCO_3 , Na_2CO_3 et Li_2CO_3 .

L'étude de l'effet de ces additions sur l'autocicatrisation est menée sur un béton dont le liant est composé de ciment (93%), d'agent expansif (5%) et d'agent d'autocicatrisation (géo matériau + additions chimique) (2%). Des échantillons de ce béton sont fissurés à l'âge de 1 mois et conservés dans l'eau pour suivre l'autocicatrisation des fissures.

Les fissures sont visuellement colmatées au bout de seulement 3 jours (Figure 2-35). Un gel amorphe d'aluminosilicates de calcium est formé dans le volume de la fissure suite à l'activation alcaline du géopolymère en présence de l'hydroxyde de calcium. Il s'agit de gehelite modifié (CASH) avec une forte teneur en ions aluminium. L'analyse EDS a montré

la présence de calcite et de l'étringite. Les produits formés sont composés de phases suffisamment denses pour colmater la fissure et arrêter l'infiltration de l'eau.

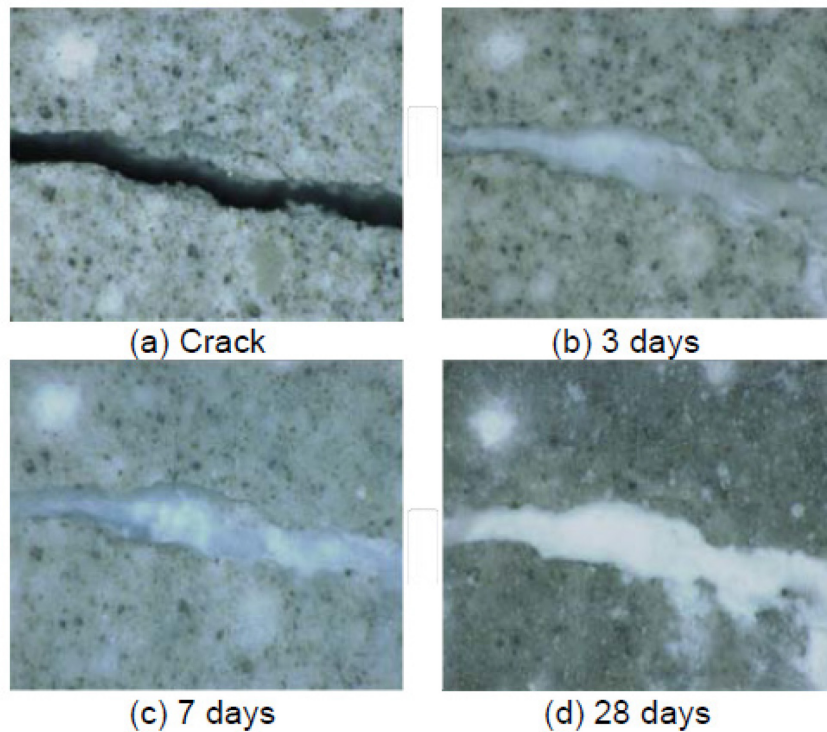


Figure 2-35. Processus d'autocicatrisation d'un béton autocicatrisant contenant un géopolymère expansif (Ahn and Kishi 2010)

c. Laitiers

L'initiation et la cinétique du laitier mélangé avec de l'eau sont beaucoup plus lentes que celles du ciment portland. Cette hydratation est souvent activée et accélérée par ajouts de ciment portland, du gypse et des alcalis. L'hydratation du laitier en présence du ciment Portland dépend en grande partie de la dissolution de la structure vitreuse du laitier par les ions hydroxyle issus de l'hydratation du ciment.

L'hydratation lente du laitier augmente le potentiel d'autocicatrisation des fissures par formation différée des hydrates. Il s'agit particulièrement des fissures qui se produisent à jeune âge du béton, notamment les fissures dues au retrait empêché.

Le potentiel d'autocicatrisation des matrices cimentaires contenant du laitier a fait l'objet d'une étude de Zhou et al. (2011). Cette étude a été faite sur des bétons avec différents taux

de remplacement de ciment par du laitier. Les échantillons sont coulés et conservés dans une chambre humide standard pendant 28 jours. Ensuite ils sont soumis à la compression pour les fissurer. Les échantillons fissurés sont conservés dans la chambre humide pendant 28 jours.

Le taux d'autocicatrisation pour chaque échantillon est déterminé à partir de la résistance à la compression avant et après la cure. Il a été constaté que le potentiel d'autocicatrisation augmente avec l'augmentation du taux d'ajout du laitier et qu'il existe une valeur optimale de 30% qui donne un taux d'autocicatrisation de 5% (Figure 2-36).

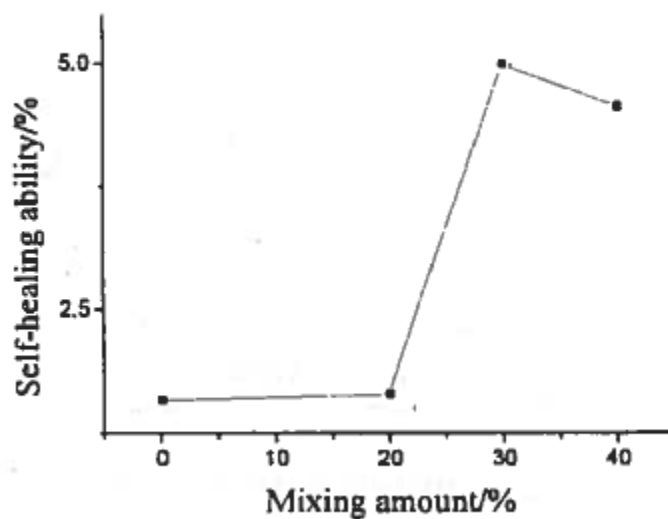


Figure 2-36. Relation entre le taux d'introduction de laitier et la capacité d'autocicatrisation du béton (Zonghui Zhou et al. 2011).

d. Polymères superabsorbants

Les polymères superabsorbants sont des acrylates qui ont la capacité d'absorber une quantité importante de liquide (allant jusqu'à 500 fois leur propre poids) et retiennent le liquide sans se dissoudre. L'expansion de ces polymères est fortement dépendante du pH, de la concentration et du contenu ionique de la solution. Ils gonflent significativement dans l'eau désionisée (≈ 200 g / g) mais très légèrement dans une suspension de ciment ($\approx 5 - 20$ g / g).

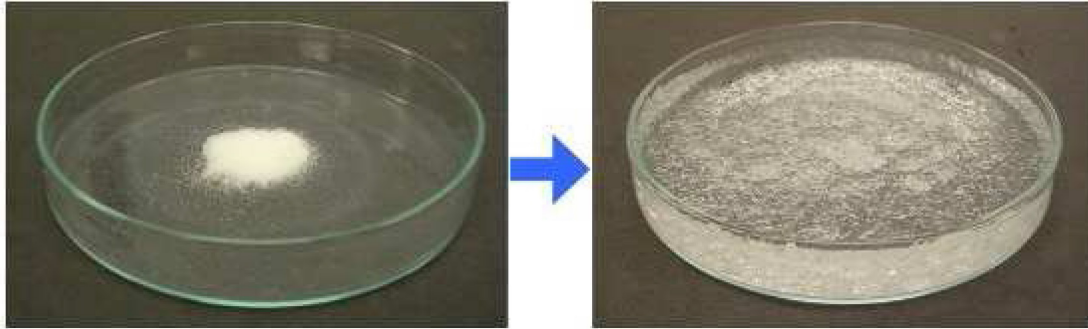


Figure 2-37. Particules de polymère superabsorbant

Ajoutées à la formulation du béton lors de malaxage, les particules de polymère superabsorbant dont la taille allant de 100 μm à 500 μm gonflent légèrement. Quand le béton sèche, les grains de polymère libèrent l'eau et se contractent. Ils restent ainsi dormants jusqu'à l'ouverture des fissures. De l'eau faiblement concentrée entre en contact avec les particules de polymère superabsorbant présentes sur les parois des fissures. Ces particules gonflent et colmatent les fissures.

L'ajout de 4-5%, en remplacement de ciment, de polymère superabsorbant peut permettre de réduire jusqu'à 80% de la perméabilité d'un échantillon de pâte de ciment avec une fissure de 200 μm (Figure 2-38) (de Rooij et al. 2013).

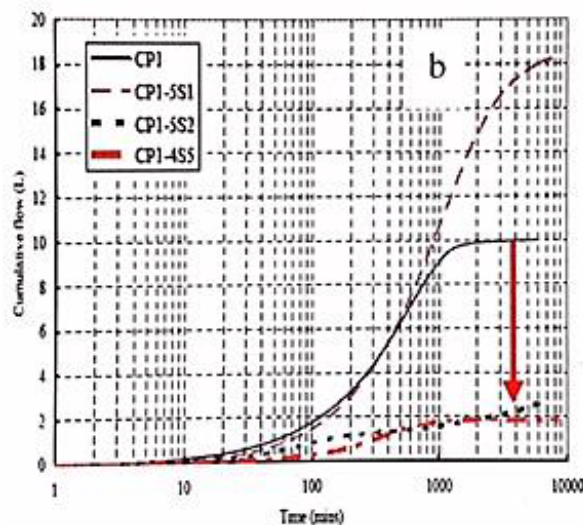


Figure 2-38. Variation de la perméabilité cumulative des échantillons en pâte de ciment (CP1), en pate de ciment et de polymère superabsorbant (CP1-xSy, avec x le taux de remplacement %m de ciment et y type de polymère) (de Rooij et al. 2013)

2.6 Conclusions

Plusieurs mécanismes physico-chimiques peuvent être à l'origine de l'autocicatrisation d'une fissure dans un matériau cimentaire : formation de carbonate de calcium CaCO_3 (Carbonatation), hydratation du ciment anhydre, blocage de la pénétration d'eau dû à la présence d'impuretés ou de particules de béton, action mécanique de l'expansion du béton. Pour les bétons courants, le mécanisme principal est la carbonatation. La disponibilité des réactifs nécessaires (ions calcium) dans le matériau cimentaire et la présence de l'eau dans la fissure ainsi qu'un apport suffisant de CO_2 sont suffisants pour lancer la formation de CaCO_3 ce qui permet un colmatage partiel ou total des fissures, diminuant ainsi l'infiltration d'eau et d'agents agressifs dans le béton.

La cinétique de l'autocicatrisation est influencée par l'ouverture initiale de la fissure. Les fissures fines ($<100\text{ }\mu\text{m}$) cicatrisent rapidement le premier mois, puis plus lentement par la suite. Dans les fissures plus larges ($>100\text{ }\mu\text{m}$), l'autocicatrisation est plus progressive. Néanmoins, le phénomène d'autocicatrisation est toujours ralenti avec la formation progressive des produits dans les fissures. Les réactifs présents dans la pâte de ciment (les grains de ciment anhydre et la portlandite) sont plus difficiles d'accès. Ainsi, les fissures larges ne se cicatrisent pas complètement et la cinétique de cicatrisation diminue rapidement au cours du temps (Argouges and Gagné 2010).

Avec la compréhension de la cicatrisation autogène, il est devenu possible d'aller de l'avant et de développer des bétons ayant une capacité de cicatrisation de plus en plus importante. Ces développements peuvent prendre plusieurs directions. Ils ont pour objectif de compléter les lacunes dans le processus de recouvrement de performances dans les matériaux cimentaires. Ce processus comprend trois composantes : 1) l'autocicatrisation naturelle ; 2) l'autocicatrisation activée par l'incorporation de certains ajouts qui permettront de limiter l'ouverture des fissures et de promouvoir les mécanismes d'autocicatrisation en fournissant les réactifs nécessaires et 3) l'autoréparation par incorporation des agents de réparation encapsulés, d'alliages à mémoire de forme ou par bio-cicatrisation. L'autoréparation est déclenchée par l'ouverture des fissures.

Il faut néanmoins garder à l'esprit que si un agent de cicatrisation (qui peut être de différentes natures) est utilisé pour améliorer la capacité de cicatrisation d'un béton, celui-ci doit répondre à certains critères :

- La capacité d'amplifier les mécanismes de cicatrisation ou, idéalement, de sceller directement les fissures aussitôt qu'elles apparaissent.
- L'efficacité à long terme : les produits de cicatrisation doivent être stables et étanches. Et le processus d'autocicatrisation doit pouvoir se produire chaque fois qu'une fissure apparaît à n'importe quel âge du béton.
- L'agent de cicatrisation doit être incorporé dans le béton lors de la fabrication et il doit résister aux processus de malaxage, de transport et de mise en place. Il doit donc posséder une capacité de réaction retardée qui pourra s'activer suite à la formation d'une fissure.
- L'incorporation de l'agent de cicatrisation dans le matériau cimentaire ne doit pas avoir un impact sur les propriétés de ce dernier à l'état frais ou à l'état durci.
- Le coût de l'agent lui-même ainsi que les coûts supplémentaires de son incorporation dans le béton doivent rester raisonnables.

En se basant sur ses critères, différentes approches de développement de bétons à fort potentiel d'autocicatrisation sont proposées dans la littérature :

- La biocicatrisation : il s'agit d'utiliser certaines souches bactérienne alcalinophiles qui favorisent par leur présence et leur métabolisme la précipitation de calcite. Le pouvoir calcifiant de certaines bactéries avait été clairement établi en laboratoire, il reste à démontrer la viabilité de celles-ci et le maintien de leurs performances, en situation réelle à l'extérieur, mais également leur adaptation à une utilisation industrielle.
- Les microcapsules et les micro-tubes : il s'agit de l'introduction d'agents autocicatrisants dans la matrice cimentaire qui s'activent par l'ouverture d'une fissure. Ces matériaux peuvent être une résine ou un polymère. Ils sont introduits dans le matériau cimentaire lors du malaxage dans des tubes ou des capsules constitués d'un matériau fragile tel que le verre ou la porcelaine.
- Les fibres : Plusieurs études ont porté sur l'effet du renforcement du béton par des fibres sur l'autocicatrisation. En effet, il a été prouvé que celle-ci est plus rapide et

plus complète pour les fissures les plus petites. D'où vient l'intérêt de l'utilisation des fibres que limite efficacement l'ouverture des fissures dans le béton.

- Les réactifs internes : l'incorporation des inclusions réactives latentes dans la formulation du béton est proposée comme une solution pratique et efficace pour améliorer son potentiel d'autocicatrisation. Il s'agit d'ajouts cimentaires tels que les cendres volantes ou les laitiers ou de géopolymères expansifs.

CHAPITRE 3

OBJECTIFS DE LA THÈSE ET DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE

Ce chapitre a pour objectif de présenter les objectifs globaux et spécifiques du projet de la thèse ainsi que le programme d'essais réalisés pour atteindre les objectifs spécifiques visés. Le matériel (spécimens et équipements) et les procédures expérimentales utilisés sont également présentés.

3.1 Objectif global

En regard au besoin de plus en plus crucial d'améliorer la durabilité du béton et aux effets non négligeables de l'autocicatrisation des fissures sur la durabilité des matériaux cimentaire, ce projet contribue au développement de nouvelles approches pour augmenter le potentiel d'autocicatrisation. Les approches technologiques conçues sont basées sur l'incorporation, dans la formulation des mortiers ou des bétons, de réactifs internes, en poudre ou granulés, capables d'activer les mécanismes d'autocicatrisation naturelle (hydratation différée de ciment ou carbonatation) ou encore de créer un nouveau mécanisme de formation de produits de cicatrisation (gel expansif issu d'une réaction alcali-silice).

Les réactifs choisis pour augmenter le potentiel d'autocicatrisation sont présentés en détail dans le CHAPITRE 4. Ils peuvent être classés en trois catégories selon le mécanisme qu'ils visent à activer :

- Des ajouts cimentaires riches en chaux libre qui permettront d'augmenter la teneur en ions calcium du béton et, par conséquent, d'augmenter son potentiel d'autocicatrisation par formation de calcite dans les fissures. Les ajouts utilisés sont un agent d'expansion interne à base de chaux libre (EA) et des cendres volantes de biomasse (KFA).

- Des ajouts granulaires riches en ciment faiblement hydraté et/ou en chaux libre : ces ajouts sont sous forme de billes protégés par une coque étanche de pâte de ciment. L'ouverture d'une fissure permet de briser cette coque et de déclencher les mécanismes d'hydratation de ciment et de formation de calcite dans la fissure.
- Des ajouts granulaires riches en silicium amorphe : il s'agit de micro-granulats (<1 mm) de verre qui, en réagissant avec les alcalis de la matrice cimentaire pourraient former un gel expansif dans les fissures. Ce qui pourrait les colmater sans toutefois causer des problèmes d'expansion dans le béton (Idir 2009).

L'objectif technologique ultime de la recherche est de développer une approche efficace, pratique et peu coûteuse pour produire un béton à haut potentiel d'autocicatrisation.

Le premier objectif scientifique du projet est de mieux comprendre l'autocicatrisation naturelle et de dissocier les effets de deux paramètres d'influence: le rapport E/C et l'âge de fissuration. Le deuxième objectif scientifique est de mieux comprendre les mécanismes d'action de chacun des réactifs internes latents sur le développement de l'autocicatrisation des matériaux cimentaires pour pouvoir accélérer la cinétique et maximiser l'efficacité du colmatage des fissures relativement importantes ($> 150 \mu\text{m}$).

3.2 Objectifs spécifiques

Le programme de ce projet de recherche se déroule en quatre phases visant chacune à répondre à un objectif spécifique:

Phase I : L'objectif de cette phase est l'étude de l'autocicatrisation naturelle d'un mortier témoin normalisé : cinétique et influence du rapport E/C et/ou âge de fissuration. Cette phase constitue une phase préliminaire qui permettra de mieux comprendre l'autocicatrisation de mortiers ayant des rapports E/C ordinaires (0.485 – 0.35). L'impact d'une fissuration à très jeune âge (3 et 7 jours) sur le déroulement de l'autocicatrisation est également examiné pendant cette phase. La fissuration à un aussi jeune âge permet surtout d'évaluer l'influence de la disponibilité de ciment anhydre au moment de la fissuration sur le potentiel d'autocicatrisation. Cette phase vient compléter les résultats de l'étude de Argouges (2010) qui a étudié l'autocicatrisation de mortiers ayant des rapports E/C de 0.35 – 0,6 qui ont été fissurés à l'âge de 1 et 6 mois.

Phase II : Cette phase est consacrée à l'étude de l'influence de la variation de la teneur en portlandite sur l'évolution du potentiel d'autocicatrisation. Des inclusions réactives ayant différentes teneurs en oxyde de calcium libre sont introduites dans la formulation des mortiers, en remplacement du ciment. L'hydratation de la CaO libre produit de la portlandite qui sera une réserve de réactifs pour le mécanisme d'autocicatrisation par carbonatation. L'analyse thermogravimétrique permet de déterminer la teneur en portlandite de chaque mortier au moment de la fissuration. Ceci permettra d'établir une relation potentielle entre la teneur en portlandite des mortiers et leur potentiel d'autocicatrisation. Les inclusions réactives utilisées sont un agent d'expansion interne à base de chaux libre et des cendres volantes de biomasse avec différentes teneurs en chaux libre.

Phase III : L'objectif spécifique de cette phase est d'étudier l'effet de la concentration des réactifs nécessaires (ciment anhydre et/ou ions calcium) pour améliorer le potentiel d'autocicatrisation des matrices cimentaire dans des micros billes. Ces billes ont une taille maximale de 2.5 mm et sont introduites dans la formulation des mortiers en remplacement du sable. Le processus de fabrication des billes à base de ciment est décrit dans la section 4.5. Deux catégories de billes sont étudiées : Des billes de ciment et des billes de ciment avec agent expansif à base de chaux libre (EA). Le ciment dans les billes est faiblement hydraté ($E/C=0.2$). L'effet de billes de cendres volantes de biomasse de taille de 1.25 mm et ayant une teneur en chaux libre de 4% sur le potentiel d'autocicatrisation est également étudié pendant cette phase.

Phase IV L'objectif spécifique de cette phase est de comprendre et contrôler la réactivité des micro-granulats de verre recyclé dans les fissures et la matrice cimentaire. En effet, le verre recyclé broyé très finement ($< 100 \mu m$) possède des propriétés pouzzolaniques très favorables pour la durabilité des bétons. A l'inverse, les granulats de verre broyés grossièrement ($> 1 mm$) sont une source d'expansion interne due à la réaction alcali-silice. Les micro-granulats de verre de taille intermédiaire ($100-1000 \mu m$) peuvent être une source prometteuse de réactifs pour l'autocicatrisation. Leur taille fait que la quantité de gel expansif produit est facilement accommodée dans la porosité de la matrice sans créer des expansions (Figure 3-1). La formation d'une fissure à proximité peut apporter l'humidité nécessaire pour déclencher localement une micro-réaction alcali-silice contrôlée. Cette

réaction produit un gel silico-calcaire-alcalin gonflant qui peut colmater la fissure. Un des avantages est qu'un faible volume de réactif peut produire un volume de gel relativement grand pour le colmatage de la fissure. Les micro-granulats seront utilisés en remplacement d'une partie du sable.

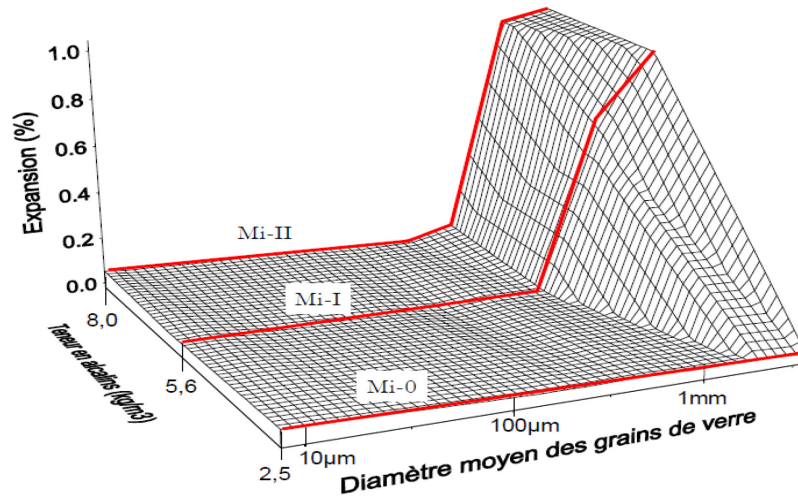


Figure 3-1. Influence du diamètre moyen du verre et de la teneur en alcalins des mortiers sur le gonflement. Mortiers conservés à 60°C et pour lesquels 20% de verre ont été utilisés en remplacement du sable inerte [Idir, 2009].

Cette phase est composée de trois sous phases : La réactivité des micro-granulats de verre dans le mortier et dans les fissures dans les conditions choisies pour l'étude (chambre humide : 23°C, 100% H.R) est d'abord testée (phase IV-I). Pour la sous phase suivante (phase IV-II), les mortiers fissurés contenant des micro-granulats de verre sont immergés dans une solution d'hydroxyde de sodium avec une concentration de 1 mol.l⁻¹ (S[1 M]) pour augmenter leur teneur en alcali. Ce traitement a pour objectif d'activer la réaction alcali-silice.

La troisième sous phase (phase IV-III) a pour objectif de tester la réactivité des micro-granulats de verre activés par de la chaux vive (présente dans l'agent expansif (EA)) dans le mortier et dans les fissures dans les conditions choisies pour l'étude (23°C, 100% H.R). L'EA est introduit en remplacement du ciment.

L'autocicatrisation est un phénomène complexe qui fait intervenir, généralement, plus d'un mécanisme. Plusieurs paramètres sont à prendre en compte dans cette étude dont notamment, les ouvertures des fissures à étudier, le dosage des ajouts et la taille des micro-granulats de verre et des granulés. La réalisation des objectifs spécifiques de chaque phase nécessite un choix approprié de paramètres d'étude. Un programme expérimental est établi pour chaque phase où le choix des variables est défini selon ses objectifs spécifiques.

Toutefois, certains paramètres sont fixés et restent invariables pour toutes les phases de l'étude à fin de limiter le nombre de variables et faciliter l'étude de l'effet des inclusions réactives sélectionnées sur le potentiel d'autocicatrisation. Les paramètres fixés sont :

- **Composition de base du mortier :** La composition et la procédure de malaxage ont été choisies d'après la norme ASTM C109 / C109M. Il s'agit de la formulation établie pour le test standard de la résistance à la compression du mortier de ciment hydraulique (ce test utilise des échantillons cubiques de dimensions 50 mm).
- **Ciment :** Une quantité de ciment a été réservée et utilisée pour tous les mortiers fabriqués pour le projet de recherche afin d'éviter tout impact d'une variabilité de la composition du ciment sur les résultats obtenus.
- **Sable :** Le même sable est utilisé pour tous les mortiers fabriqués. Il s'agit d'un sable de silice naturel standardisé. Ce sable reste inerte dans la matrice cimentaire et n'a pas d'apport en ions calcium ce qui évite toute interaction avec les processus d'autocicatrisation.
- **Conditions de conservation pour les essais d'autocicatrisation :** Une humidité relative élevée favorise l'autocicatrisation par tous les mécanismes d'autocicatrisation connus. Des produits d'autocicatrisation se forment aussi en présence de cycles de mouillage-séchage mais avec moins d'intensité comme le confirme l'étude de Qian et al. (2010). Pour cette étude, tous les échantillons de mortiers sont conservés dans une chambre humide à 100% d'humidité relative et à 23°C pendant toute la période de l'étude. Ces conditions permettent de maximiser l'autocicatrisation naturelle ainsi que l'action des réactifs internes choisis.
- **Procédure de fissuration et de suivi de l'autocicatrisation :** la même forme des échantillons de mortiers et la même procédure de fissuration sont utilisées pour tous

les mélanges. Le suivi de l'autocicatrisation se fait également de la même manière pour toutes les phases du projet : il s'agit d'un suivi de l'évolution de débit d'air dans les fissures.

- **Ouvertures initiales des fissures :** les fissures de toutes les phases du projet sont des fissures considérées comme moyennes à grosses. Elles varient de 150 μm à 250 μm . De telles fissures sont trop larges pour être cicatrisées par le seul moyen de l'autocicatrisation naturelle (Gagne et Argouges 2012). Elles permettront par ailleurs de mettre en évidence l'efficacité des inclusions réactives.

3.3 Programme expérimental

3.3.1 Programme expérimental de la Phase I

Ce premier programme expérimental a deux objectifs. Le premier est d'étudier l'autocicatrisation naturelle sur un mortier témoin. Le deuxième est d'étudier deux paramètres d'influence éventuels sur la cicatrisation naturelle des mortiers qui sont notamment le rapport E/C et l'âge de fissuration. La variation de ces deux paramètres permet de varier la disponibilité du ciment anhydre et de la portlandite au moment de la fissuration. Parallèlement aux essais d'autocicatrisation, des essais de caractérisation des mortiers par analyse thermogravimétrique à 3, 7 et 28 jours sont également établis. Ces essais permettront de calculer les teneurs en ciment anhydre et en portlandite des mortiers au moment de la fissuration.

a- Formulation des mortiers

- Autocicatrisation naturelle

Le mortier (Control) sera une référence d'étude pour tout le reste du projet. La composition a été choisie d'après la norme ASTM C109 / C109M. Il s'agit de la formulation établie pour le test standard de la résistance à la compression du mortier de ciment hydraulique (ce test utilise des échantillons cubiques de dimensions 50 mm)

Le sable standardisé est constitué silice naturelle. Le ciment est un ciment portland ordinaire de type GU. La formulation du mortier et la résistance à la compression obtenue à 28 jours sont présentées au Tableau 3-1.

Tableau 3-1. Formulation du mortier témoin (Control)

Eau / Ciment	0,485
Sable / Ciment	2,75
f_c(28 jours)	35 MPa

Le mortier témoin est fabriqué et coulé selon la procédure décrite dans la norme ASTM C109 / C109M. Après le démoulage, les échantillons sont conservés pendant 28 jours dans une chambre humide (23°C et 100% d'humidité relative) avant de procéder à la fissuration et l'étude de l'autocicatrisation.

- Étude de l'influence du rapport (Eau/Ciment) et/ou âge de fissuration

Deux variables sont étudiées dans cette phase:

- Le rapport E/C : deux rapports E/C sont étudiés : 0,35 et 0,485
- L'âge de fissuration : deux âges de fissuration sont étudiés : 3 et 7 jours

Les deux mortiers étudiés de cette partie sont :

- M485 : Un mortier ayant un rapport E/C = 0,485. Ce mortier a la même formulation que le mortier témoin (Control) décrite dans le paragraphe précédent
- M350 : Ce mortier est obtenu en modifiant la valeur du rapport E/C sur la formulation du mortier témoin de 0,485 à 0,350.

Le Tableau 3-2 présente les paramètres de formulation et la résistance à la compression à 28 jours des deux mortiers M350 et M485.

Tableau 3-2. Formulation des mortiers M485 et M350

	M485	M350
Eau / Ciment	0,485	0,35
Sable / Ciment	2,75	2,75
f_c(28 jours)	35 MPa	51 MPa

b- Structure du programme expérimental de suivi d'autocicatrisation et de caractérisation des matériaux

Le diagramme ci-dessous présente la planification globale d'étude de l'autocicatrisation par suivi du débit d'air dans les fissures du premier programme expérimental ainsi que le programme de caractérisation des mortiers.

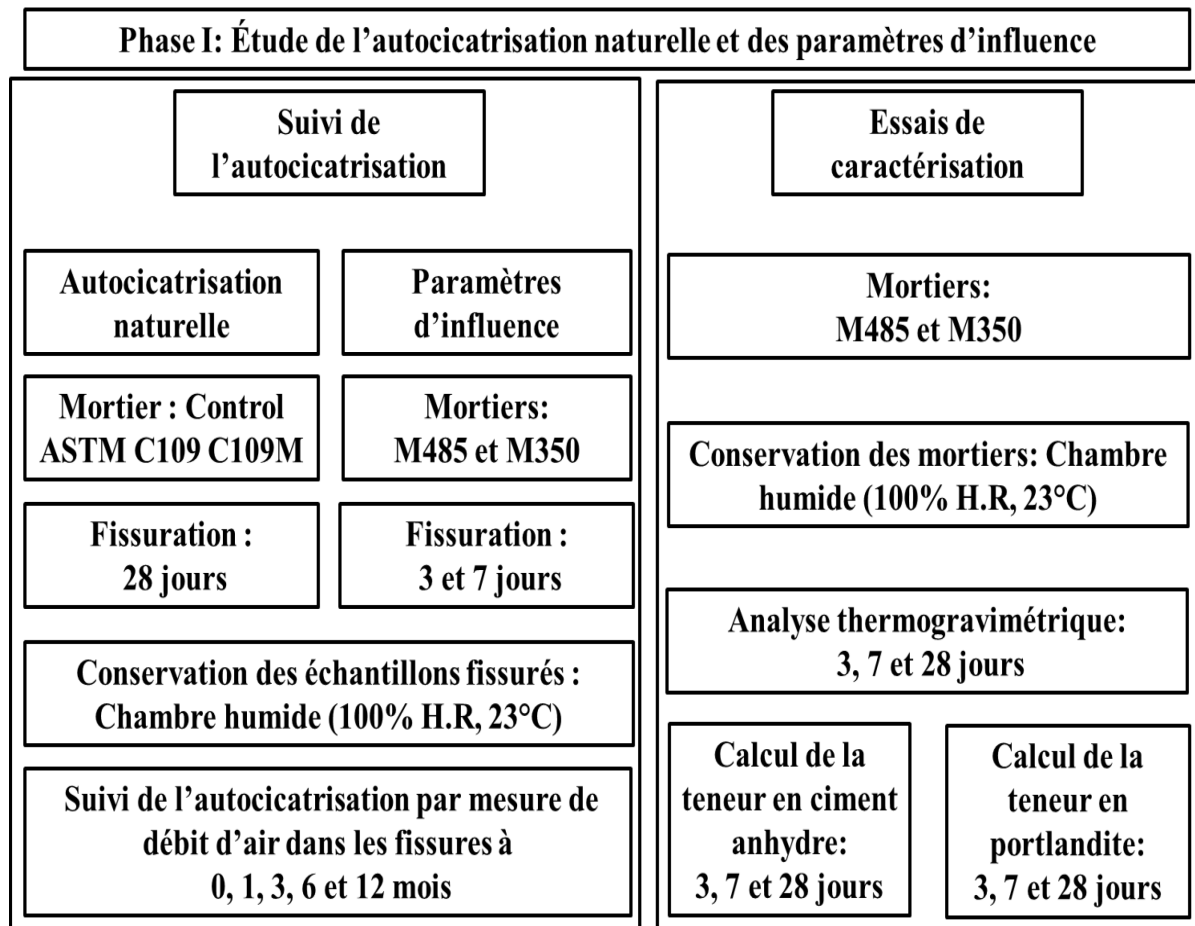


Figure 3-2. Plan expérimental global de la phase I

Pour le suivi de l'autocicatrisation, des échantillons en anneau (dont la forme géométrique est décrite dans la section 3.4.1.1) sont fabriqués à partir de chaque mortier. Le démoulage des échantillons est effectué après 24 heures et les échantillons sont stockés dans la chambre humide en attendant l'échéance de fissuration. Les échantillons sont fissurés à l'âge prévu pour la fissuration selon la procédure décrite dans la section 3.4.1.2. Après la fissuration, la mesure géométrique de l'ouverture des fissures par vidéo-microscope et la mesure initiale de débit d'air selon la procédure décrite dans la section 3.4.1.3, les échantillons sont de nouveau stockés dans la chambre humide jusqu'à la prochaine échéance de mesure de débit d'air. Les échéances de mesure de débit d'air sont 1, 3, 6 et 12 mois. Le choix de ces délais est fait pour permettre de suivre l'évolution de l'autocicatrisation entre 0 et 12, mois sans toutefois affecter ou détruire les produits de cicatrisation par des séchages et des mesures de débit d'air trop répétés.

Analyses et caractérisation

- Degré d'hydratation : Le degré d'hydratation des mortiers a été déterminé pour pouvoir étudier la relation entre le potentiel d'autocicatrisation et la quantité de ciment anhydre au moment de la fissuration.
- Mesure de la teneur en portlandite et en calcite : Les teneurs en portlandite des mortiers sont mesurées pour étudier la relation entre la quantité de ces hydrates présente au moment de la fissuration et le potentiel d'autocicatrisation
- Étude au MEB des produits d'autocicatrisation formés, après la dernière échéance de mesure.

3.3.2 Programme expérimental de la Phase II

L'objectif spécifique principal de cette phase est d'étudier l'influence de la variation de la teneur en portlandite des mortiers sur le potentiel d'autocicatrisation. Trois inclusions réactives ayant différentes teneurs en oxyde de calcium libre sont introduites dans la formulation des mortiers, en remplacement du ciment. L'hydratation de la CaO libre produit de la portlandite. Les trois inclusions sont :

- EA : Un agent d'expansion interne composée de 58% de CaO libre (CONEX@)
- KFA9 : Des cendres volantes de biomasse ayant une teneur en CaO libre de 9%
- KFA17 : Des cendres volantes de biomasse ayant une teneur en CaO libre de 17%

Ces trois matériaux sont présentés en détail dans la section 4.3.

Les variables d'étude pour cette phase sont :

- Le type de l'inclusion et sa teneur en CaO libre.
- Le taux d'introduction du réactif : La variation de ce paramètre permet de varier la teneur en portlandite des mortiers.

a- Formulation des mortiers

Quatre mortiers sont étudiés dans ce programme expérimental:

- 10EA : Même formulation que le mortier témoin avec remplacement de 10% du ciment par l'agent expansif (EA)
- 10KFA9 : 10 % du ciment est remplacé (dans la formulation témoin) par les cendres volantes de biomasse KFA9.
- 10KFA17 : 10 % de ciment est remplacé (dans la formulation témoin) par les cendres volantes de biomasse KFA17.
- 30KFA17 : 30 % de ciment est remplacé (dans la formulation témoin) par les cendres volantes de biomasse KFA17.

Les formulations de ces mortiers ainsi que leurs résistances à la compression à 28 jours sont présentées dans le Tableau 3-3 :

Tableau 3-3. Formulations des mortiers de la phase II

	10EA	10KFA9	10KFA17	30KFA17
Eau / Ciment		0,485		
Sable / Ciment		2,75		
EA	10%	-	-	-
KFA9	-	10%	-	-
KFA17	-	-	10%	30%
f_c(28 jours)	32 MPa	33 MPa	30 MPa	29 MPa

Suivi de l'autocicatrisation par mesures de débit d'air

La figure ci-dessous présente les détails du plan global d'étude de l'autocicatrisation par suivi de débit d'air dans les fissures des mortiers de la phase II ainsi que le plan des essais de caractérisation des mortiers.

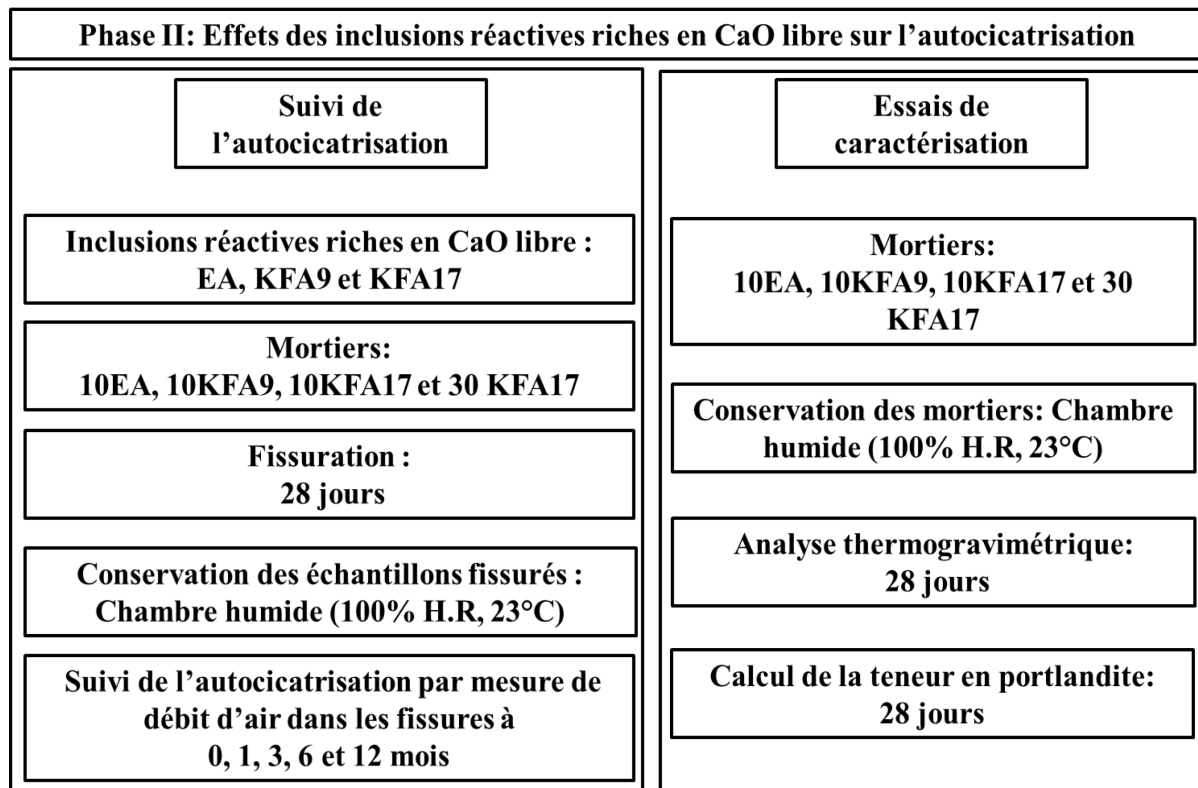


Figure 3-3. Plan expérimental global de la phase II

Pour cette phase, tous les mortiers sont fissurés à l'âge de 28 jours. Les conditions de conservation et les échéances de mesures de débit d'air dans les fissures sont les mêmes que pour la phase I.

Analyses et caractérisation

- Mesure de la teneur en portlandite : les teneurs en portlandite des mortiers sont mesurées pour étudier la relation :
 - Entre la quantité de l'inclusion réactive riche en CaO libre ajoutée à la formulation du mortier et la teneur de celui-ci en portlandite.
 - Entre la teneur de portlandite dans mortier au moment de la fissuration et le potentiel d'autocicatrisation
- Étude au MEB des produits d'autocicatrisation formés, après la dernière échéance de mesure.

3.3.3 Programme expérimental de la phase III :

Cette phase a pour objectif d'étudier les effets de l'inclusion de billes réactives à base de ciment faiblement hydraté, de billes de ciment auquel il a été ajouté un agent d'expansion interne à base de CaO libre et de billes de cendres volantes biomasse sur l'autocicatrisation des mortiers.

Les billes de ciment (CB) et les billes de ciment et agent expansif (CEAB) sont fabriquées au laboratoire de génie civil de l'Université de Sherbrooke selon la procédure décrite dans la section 4.5.2. Chaque type de billes est produit en deux classes de taille :

- Petites billes ayant une taille de 630 μm à 1.25 mm : CB1.25 et CEAB1.25
- Grosses billes ayant une taille de 1.25 mm à 2.5 mm : CB2.5 et CEAB2.5

Les billes de cendres volantes de biomasse utilisées sont fournies granulés et une taille de 1,25 mm.

Les variables d'étude pour cette phase sont :

- Le type du granulé utilisé.
- Le taux d'introduction du granulé dans la formulation du mortier : la variation de ce paramètre permet de varier le nombre de billes que le plan de fissuration pourrait intercepter au moment de la fissuration.

Selon le type de billes utilisées il est possible de définir trois sous phases :

Phase III.1 : Cette première partie porte sur des mortiers contenant des billes de ciments faiblement hydraté (CB). Ces mortiers sont :

- 10CB1.25 : 10 % du sable est remplacé par des billes de ciment CB1.25
- 30CB1.25 : 30 % du sable est remplacé par des billes de ciment CB1.25
- 10CB2.5 : 10 % du sable est remplacé par des billes de ciment CB2.5
- 30CB2.5 : 30 % du sable est remplacé par des billes de ciment CB2.5

Le Tableau 3-4 présente la formulation de chacun de ces mortiers ainsi que sa résistance à la compression à 28 jours.

Tableau 3-4. Formulations des mortiers de la phase III.1

	10CB1.25	30CB1.25	10CB2.5	30CB2.5
Eau / Ciment		0,485		
Sable / Ciment		2,75		
CB1.25	10%	30%	-	-
CB2.5	-	-	10%	30%
f_c	36 MPa	37 MPa	39 MPa	42 MPa

Phase III.2 : Cette partie l'étude porte sur des mortiers contenant les billes (CEAB). Elles sont composées d'un mélange faiblement hydraté de ciment et de 10% de l'agent expansif (EA). L'ajout de l'agent expansif (EA), qui est composé de 58% de CaO libre, dans la formulation de billes permet d'augmenter leur teneur en portlandite et, par conséquent, la capacité de fournir les ions calcium pour le mécanisme d'autocicatrisation.

Les mortiers de la phase III.2 sont :

- 10CEAB1.25 : 10 % du sable est remplacé par des billes de ciment CEAB1.25
- 30CEAB1.25 : 30 % du sable est remplacé par des billes de ciment CEAB1.25
- 10CEAB2.5 : 10 % du sable est remplacé par des billes de ciment CEAB2.5
- 30CEAB2.5 : 30 % du sable est remplacé par des billes de ciment CEAB2.5

Les formulations de mortiers ainsi que leurs résistances à la compression à 28 jours sont récapitulées dans le Tableau 3-5 :

Tableau 3-5. Formulations des mortiers de la phase III.2

	10CEAB1.25	30CEAB1.25	10CEAB2.5	30CEAB2.5
Eau / Ciment	0,485			
Sable / Ciment	2,75			
CEAB1.25	10%	30%	-	-
CEAB2.5	-	-	10%	30%
f_c(28 jours)	51 MPa	35 MPa	34 MPa	29 MPa

Phase III.3 : Cette partie porte sur des mortiers contenant des billes de cendres volantes de biomasse (KFAB). Ces billes contiennent du CaO libre (4%). L'interception de ces billes par les plans de fissuration permet de libérer les ions calcium de la chaux pour le mécanisme d'autocicatrisation.

Les mortiers formulés avec ces billes sont :

- 10KFAB : 10 % du sable est remplacé par des billes KFAB
- 30KFAB : 30 % du sable est remplacé par des billes KFAB

Les formulations de mortiers et leurs résistances à la compression à 28 jours sont récapitulées dans le Tableau 3-6 :

Tableau 3-6. Formulations des mortiers de la phase III.3

	10KFAB	30KFAB
Eau / Ciment	0,485	
Sable / Ciment	2,75	
KFAB	10%	30%
f_c(28 jours)	34 MPa	40 MPa

La Figure 3-4 présente les détails du plan expérimental global de la phase III. Le plan expérimental est composé d'un plan de suivi de l'autocicatrisation des différents mortiers précédemment définis. Tous les mortiers sont fissurés à l'âge de 28 jours. Les conditions de stockage des échantillons fissuré pour les essais d'autocicatrisation et les échéances de mesures de débit d'air dans les fissures sont les mêmes que pour les phases précédentes.

Analyses et caractérisation

- Mesure de la teneur en portlandite à l'âge de 7 jours de deux pâtes ayant un rapport E/C=0,485 : pâte 100% ciment, pâte 90% ciment + 10% EA

Les teneurs en portlandite des pâtes sont mesurées pour étudier la différence de la teneur en portlandite entre les billes CB et les billes CEAB et mettre en évidence la relation potentielle entre la disponibilité de portlandite dans les billes et leur efficacité pour l'augmentation de la capacité d'autocicatrisation.

- Dosage de CaO libre des billes de cendres volantes de biomasse (KFAB)
- Étude au MEB des produits d'autocicatrisation formés, après la dernière échéance de mesure.

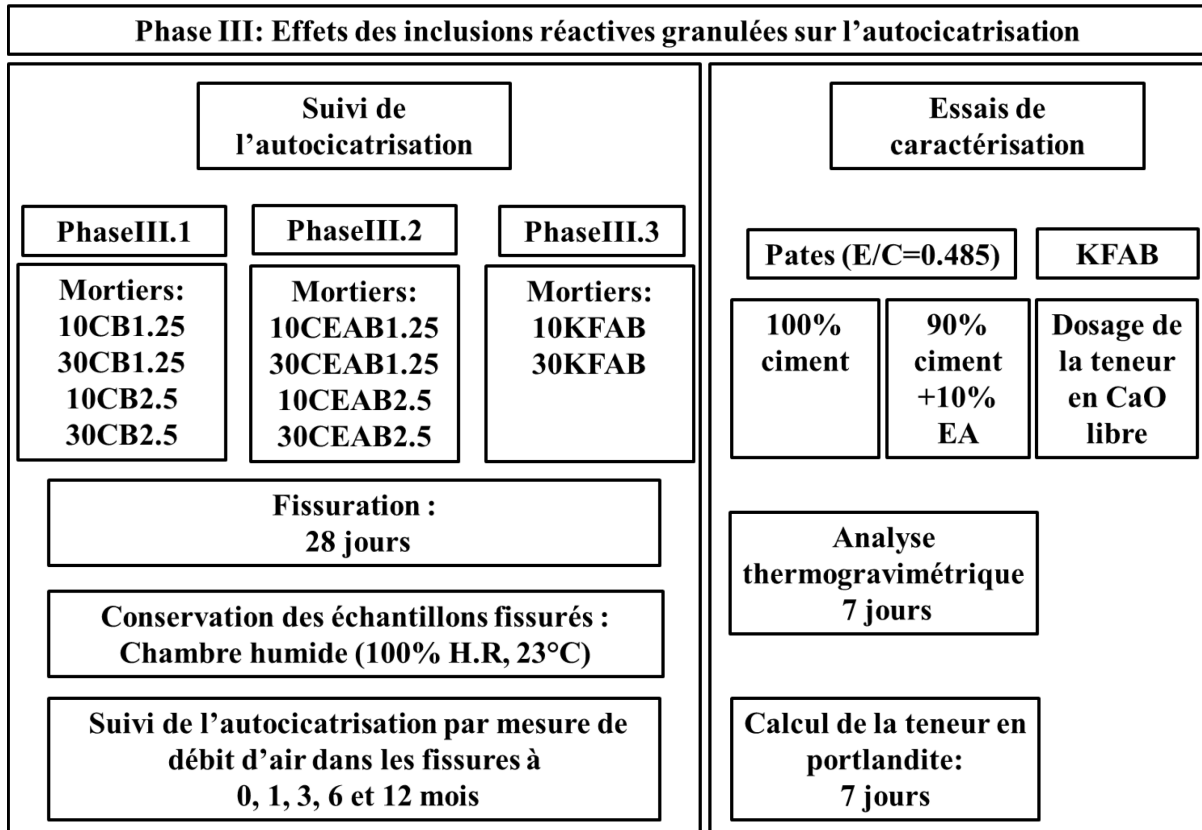


Figure 3-4. Plan expérimental global de la phase III

3.3.4 Programme expérimental de la phase IV :

L'objectif spécifique de cette phase est d'étudier la possibilité de formation d'un gel expansif silico-calcaire alcalin dans les fissures. Pour ce faire, des micro-granulats de verre réactif sont introduits dans la formulation des mortiers. Trois classes de taille de micro-granulats, appartenant à l'intervalle, [0 mm, 1 mm], sont étudiées pour dégager un éventuel effet de taille sur la réactivité de particule de verre dans le mortier. Les classes de taille sont : MGV160, MGV315 et MGV630. Les caractéristiques physico-chimiques des micro-granulats ainsi que la définition de chaque classe de taille sont détaillés dans la section 4.4.

La réactivité des différentes classes de micro-granulats de verre seuls (sans activation) est d'abord testée (Phase IV.1). Ensuite deux approches d'activation de la réaction alcali-silice

des micro-granulats de verre sont appliquées : Activation par immersion dans une solution NaOH (Phase IV.2); Activation par addition de l'agent expansif riche en CAO libre (EA) (Phase IV.3).

Le déroulement du programme expérimental de cette phase passe par trois sous-phases :

Phase IV.1 : Cette première partie a pour objectif de tester la réactivité des micro-granulats de verre dans le mortier et dans les fissures dans les conditions choisies pour l'étude (23°C, 100% H.R) :

- 10MGV160 : 10 % du sable est remplacé par des micro-granulats de verre MGV160.
- 10MGV315 : 10 % du sable est remplacé par des micro-granulats de verre MGV315.
- 10MGV630 : 10 % du sable est remplacé par des micro-granulats de verre MGV630.

Les formulations et les résistances à la compression à 28 jours des mortiers sont récapitulées dans le Tableau 3-7 :

Tableau 3-7. Formulations des mortiers de la phase IV.1

	10MGV160	10MGV315	10MGV630
Eau / Ciment		0,485	
Sable / Ciment		2,75	
MGV160	10%	-	-
MGV315	-	10%	-
MGV630	-	-	10%
f_c(28 jours)	27 MPa	31 MPa	28 MPa

Phase IV.2 : Cette partie a pour objectif de tester la réactivité des micro-granulats de verre, activés par immersion dans une solution NaOH. L'immersion des échantillons de mortier fissurés dans la solution NaOH (S[1M]) est répétée 4 fois (après chaque essai de mesure de débit d'air dans les fissures). Elle a pour objectif d'augmenter la concentration en alcali dans la solution interstitielle des mortiers. Les alcalis étant un des agents nécessaires pour déclencher la réaction alcali-silice, l'augmentation de leur disponibilité permettra d'activer la formation de gel silico-calcaire alcalin dans les fissures.

Pour cette phase, seules les deux classes de taille extrêmes, MGV160 et MGV630 sont étudiées. Le dosage est augmenté pour amplifier l'effet potentiel de ces réactifs sur l'autocicatrisation. Les mortiers coulés sont :

- 30MGV160-S : 30 % du sable est remplacé témoin, par des micro-granulats de verre MGV160
- 30MGV630-S : 30 % du sable est remplacé par des micro-granulats de verre MGV630

Les formulations des mortiers, ainsi que leurs résistances à la compression à 28 jours, sont présentées dans le Tableau 3-8 :

Tableau 3-8. Formulations des mortiers de la phase IV.2

	30MGV160-S	30MGV630-S
Eau / Ciment	0,485	
Sable / Ciment	2,75	
MGV160	30%	-
MGV630	-	30%
f_c(28 jours)	21 MPa	33 MPa

Phase IV.3 : Ce sous-programme a pour objectif de tester la réactivité des micro-granulats de verre activés par de la chaux vive (présente dans l'agent expansif EA). Comme précédemment expliqué, l'hydratation de chaux vive augmente la teneur en portlandite de la

matrice cimentaire. La dissolution de la portlandite augmente à la fois la disponibilité des ions hydroxyle et les ions calcium. Ces deux agents sont essentiels pour l'activation de la réaction alcali-silice des particules de verre (Section 4.4).

Pour cette phase également, seules les deux classes de taille extrêmes, MGV160 et MGV630 sont étudiées. Les mortiers coulés sont :

- 30MGV160-EA : 30 % du sable est remplacé par des micro-granulats de verre MGV160 ainsi que 10 % de ciment est remplacé par du CONEX.
- 30MGV630-EA : 30 % du sable est remplacé par des micro-granulats de verre MGV630 ainsi que 10 % de ciment est remplacé par du CONEX.

Les formulations des mortiers ainsi que leurs résistances à la compression à 28 jours sont récapitulées dans le Tableau 3-9 :

Tableau 3-9. Formulations des mortiers de la phase IV.3

	30MGV160-EA	30MGV630-EA
Eau / Ciment		0,485
Sable / Ciment		2,75
MGV160	30%	-
MGV630	-	30%
EA	10%	10%
f_c(28 jours)	21 MPa	20 MPa

Suivi de l'autocicatrisation par mesures de débit d'air

La Figure 3-5 présente les détails du plan expérimental global de la phase IV. Le plan expérimental est composé d'un plan de suivi de l'autocicatrisation des différents mortiers précédemment définis. Tous les mortiers sont fissurés à l'âge de 28 jours. Les conditions de stockage des échantillons fissuré pour les essais d'autocicatrisation et les échéances de mesures de débit d'air dans les fissures sont les même que pour les phases précédentes.

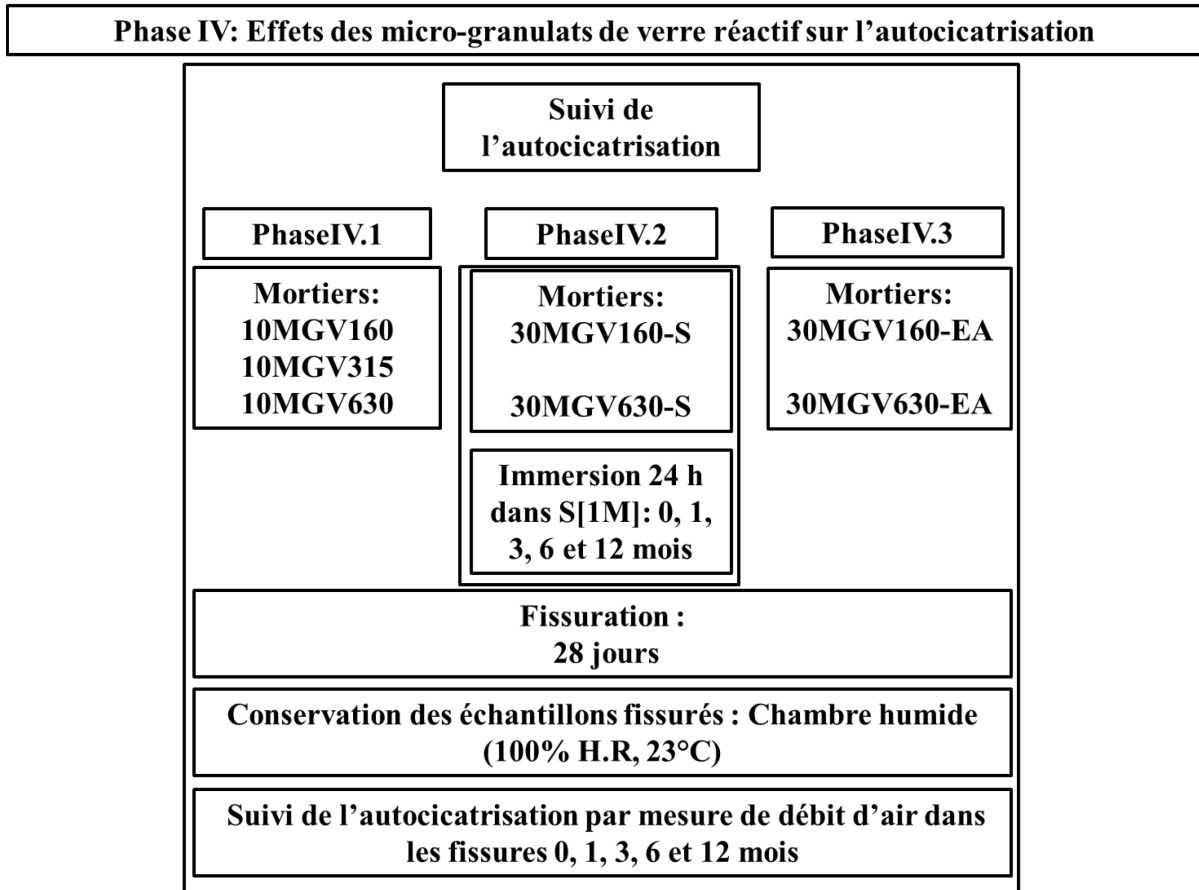


Figure 3-5. Plan expérimental global de la phase IV.

Analyses et caractérisation

- Étude au MEB des produits d'autocicatrisation formés, après la dernière échéance de mesure.

3.4 Procédures expérimentales

Cette section a pour objectif de présenter les détails des procédures expérimentales pour :

- L'étude de l'autocicatrisation par suivi des variations des débits d'air dans les fissures
- L'analyse et la caractérisation des matériaux, des mortiers et des produits d'autocicatrisation

3.4.1 Etude de l'autocicatrisation par suivi des variations de débit d'air dans les fissures

3.4.1.1 Géométrie des éprouvettes de mortier

Les éprouvettes de mortiers sont de formes cylindriques, avec une ouverture au centre pour permettre l'insertion du mécanisme de fissuration contrôlée. Les dimensions des éprouvettes sont présentées par la Figure 3-6. Toutes les éprouvettes de mortier sont renforcées d'un anneau en acier ayant une section circulaire. Cet anneau permet maintenir la solidité et la forme après la fissuration de l'éprouvette.

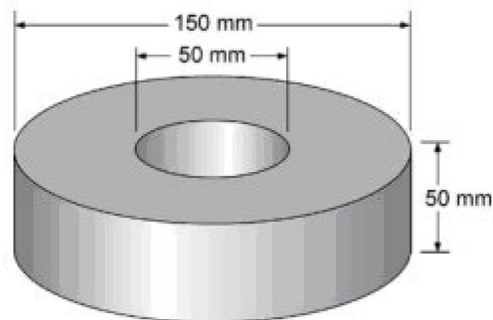


Figure 3-6. Dimensions des éprouvettes de mortier

Après la fixation de l'anneau en acier sur les moules comme le montre la Figure 3-7. Ces derniers ont été remplis en deux couches en utilisant une légère vibration après la mise en place de chacune des deux couches.

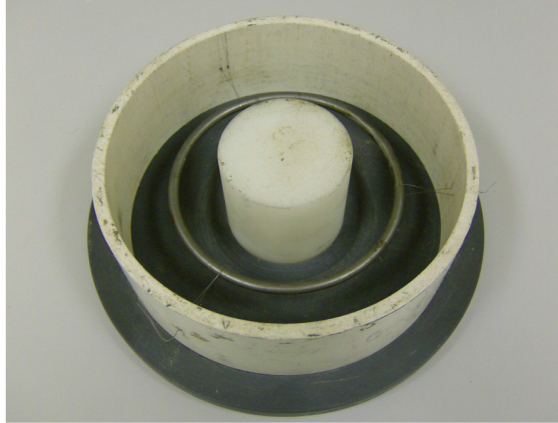
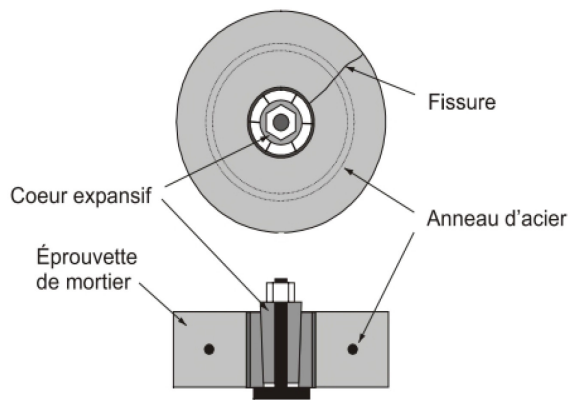


Figure 3-7. Anneau en acier fixé sur le moule en PVC

Le moule rempli est recouvert d'un plastique imperméable pendant approximativement 24 heures. Immédiatement après le démoulage, les éprouvettes sont conservées dans une chambre humide à 23°C et 100% d'humidité relative. Avant de procéder à la fissuration, la face supérieure de l'éprouvette a été polie à l'aide d'une meule diamantée montée sur tour industriel.

3.4.1.2 Procédure de fissuration

Les éprouvettes de mortiers ont été fissurées par l'application d'une déformation contrôlée en traction engendrée par un cœur expansif. Le cœur expansif est constitué d'un cône tronqué en acier qui glisse à l'intérieur de six pétales coniques en acier (Gagne et Argouges 2012). Une mince bague en PVC retient l'ensemble des pétales contre le cône interne et joue le rôle de coussin déformable entre le cœur expansif et la surface interne des éprouvettes de mortier. La fissuration contrôlée est engendrée par le serrage d'un boulon et d'un écrou en acier haute résistance qui force la pénétration du cône à l'intérieur des pétales. Ce processus entraîne une augmentation du diamètre de la bague en PVC, ce qui conduit à une déformation du diamètre interne de l'éprouvette de mortier. La fissuration contrôlée (ouverture de la fissure) est obtenue en contrôlant l'enfoncement du cône dans les pétales (Figure 3-8).



a) Schéma de dispositif de fissuration



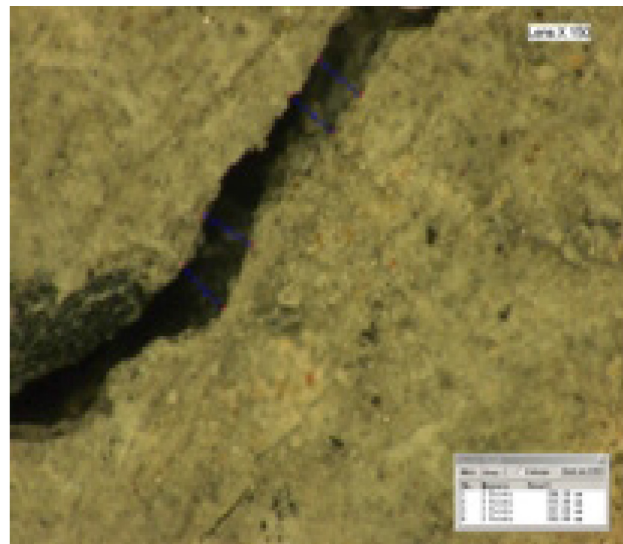
b) Dispositif de fissuration

Figure 3-8. Dispositif de fissuration

L'ouverture initiale d'une fissure a été mesurée avec un vidéo-microscope. Il est muni d'un logiciel offrant des outils graphiques pour effectuer des mesures géométriques. L'ouverture d'une fissure est la moyenne de 30 mesures réparties sur les faces supérieure et inférieure de l'éprouvette (Figure 3-9).



a) Vidéo microscope



b) Mesures géométriques des ouvertures des fissures

Figure 3-9. Dispositif de mesure des ouvertures initiales des fissures

Une fois que la fissure désirée est obtenue, la face supérieure de l'échantillon est recouverte d'un papier aluminium autocollant imperméable de façon à ne laisser apparaître que la

fissure à étudier (Figure 3-10). Cette technique permet de forcer l'écoulement d'air au travers d'une seule fissure.



Figure 3-10. Échantillon fissuré recouvert par un papier aluminium autocollant

3.4.1.3 Mesure de débit d'air dans les fissures

L'évolution de l'autocicatrisation a été étudiée en mesurant le débit d'air dans les fissures à l'aide d'une cellule de perméabilité à l'air. Cette cellule est spécifiquement conçue pour être utilisée avec une éprouvette de mortier fissurée décrite dans les deux sections précédentes (Figure 3-11).

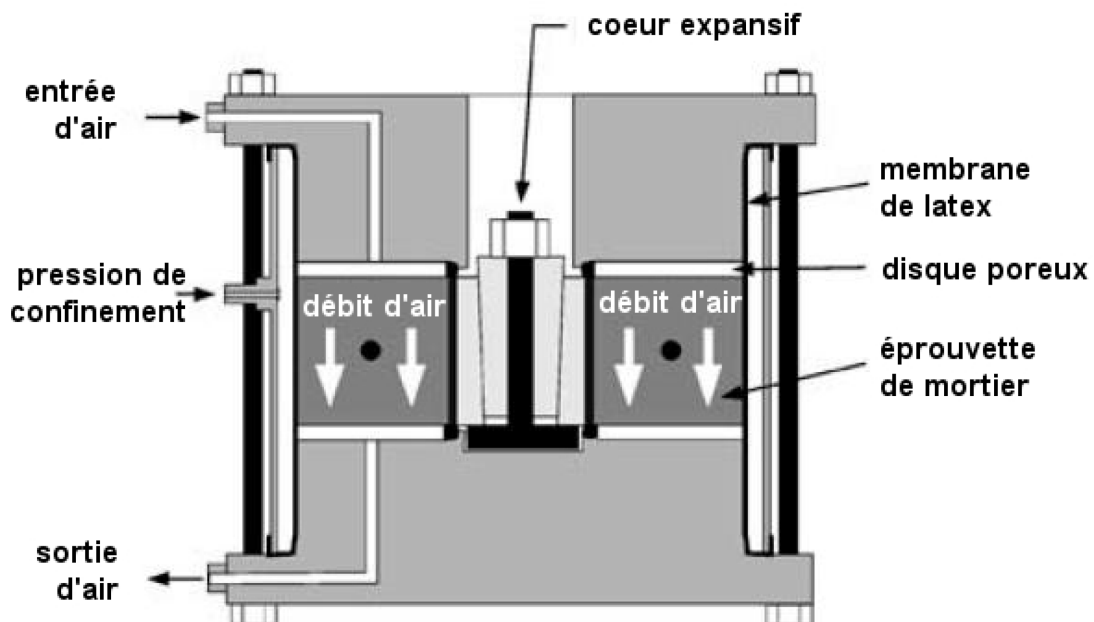
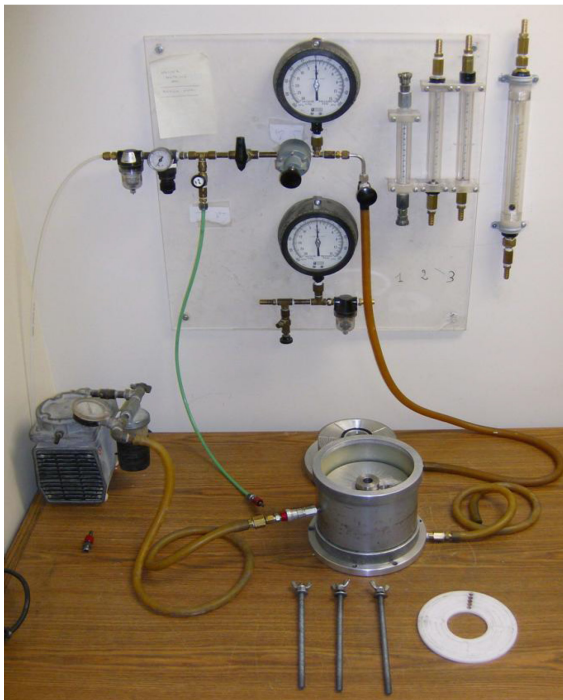


Figure 3-11. Cellule de mesure de débit d'air

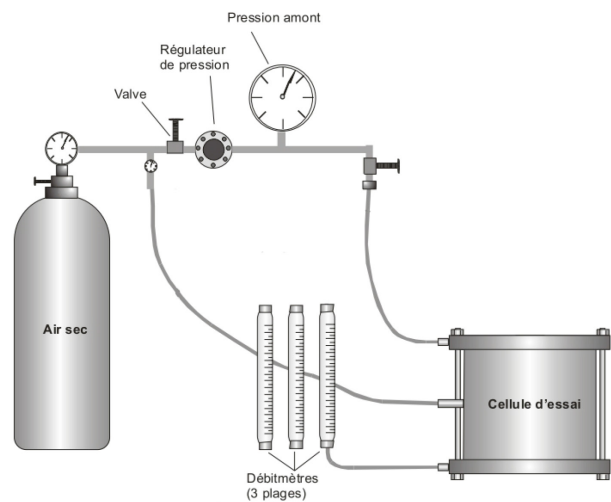
La cellule permet des mesures précises du débit d'air dans une fissure unique sous des conditions d'écoulement bien contrôlées (température et gradient de pression constants). Les pressions absolues en amont et en aval sont maintenues constantes à 150 kPa et à 100 kPa (pression atmosphérique) respectivement. Le débit volumique (litre/minute) en aval est mesuré par un des trois débitmètres à bille (rotamètre) comportant chacun une plage de mesure spécifique.

La Figure 3-12 présente le dispositif de mesure de débit d'air. La pompe à vide (à gauche sur la photographie) permet d'installer l'éprouvette en retenant la membrane de latex. Cette membrane de latex entoure l'éprouvette et permet d'assurer le confinement latéral de l'éprouvette : l'air ne peut passer que dans la fissure.

Les débits d'air sec initiaux ont été mesurés immédiatement après la fissuration. Pour les autres mesures (à 1, 3, 6 et 12 mois), les éprouvettes ont été soumises à un séchage à 40°C pendant 24 heures avant chaque mesure du débit pour évaporer l'excès d'eau dans les fissures et éviter les éventuels impacts sur le dispositif de mesure de débit d'air.



a) Dispositif de mesure de débit d'air



b) Schéma de dispositif de mesure de débit d'air

Figure 3-12. Dispositif de mesure de débit d'air

3.4.1.4 Relation entre le débit d'air et l'ouverture de la fissure

Il est très facile de localiser et mesurer l'ouverture de la fissure immédiatement après la fissuration. L'estimation géométrique de l'ouverture par le vidéo microscope dans ce cas est représentative de la section transversale de la fissure sur toute la hauteur de l'échantillon. Cependant, après conservation en chambre humide, suite à l'autocicatrisation, des dépôts se forment aléatoirement sur les parois de la fissure. Il devient pratiquement impossible de mesurer géométriquement une ouverture résiduelle.

La mesure de débit d'air permet de déduire une estimation de l'ouverture apparente de la fissure. Les résultats de Argouges présentés par la Figure 3-13 montre qu'il existe une relation polynomiale de degré 3 entre le débit et l'ouverture initiale de la fissure ($Q = f(w_a^3)$). Ce type de relation est compatible avec le modèle d'écoulement proposé par Ismail (2006). Le graphique montre que lorsque l'ouverture de la fissure passe de 50 μm à 250 μm (x 5), le débit augmente d'un ordre de grandeur. On constate que le rapport E/C et l'âge de fissuration du mortier ne semble pas avoir un effet significatif sur la relation entre le débit et l'ouverture de la fissure.

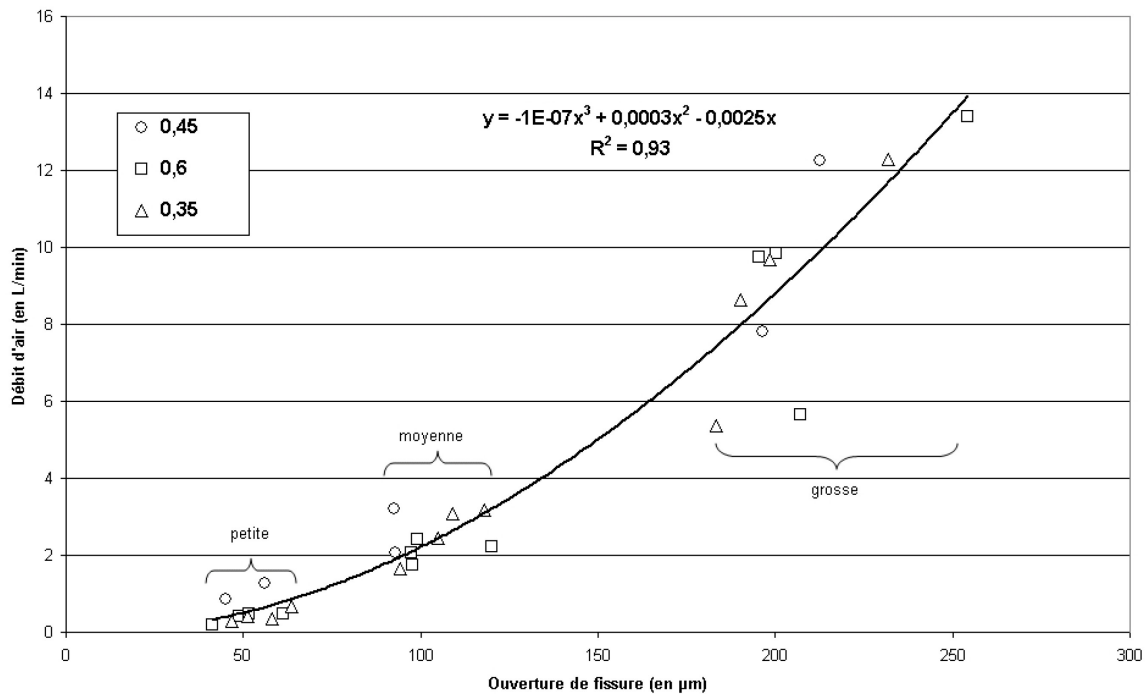


Figure 3-13. Relation entre le débit expérimental et l'ouverture initiale d'une fissure

La relation polynomiale sera plus tard utilisée pour estimer l'ouverture apparente d'une fissure en cours de cicatrisation. À partir d'un débit mesuré expérimentalement (Q), l'ouverture apparente (w_a) peut être calculée à l'aide de l'Équation 3-1. Cette équation n'est valable que pour les conditions spécifiques des essais décrits plus tôt dans cette section (longueur de fissure = 50 mm, largeur de fissure = 50 mm, gradient de pression de 50 kPa).

$$Q = -1 \times 10^{-7} w_a^3 + 0,0003 w_a^2 - 0,0025 w_a \quad \text{Equation 3-1}$$

Avec :

Q : Débit mesuré expérimentalement (litre/minute)

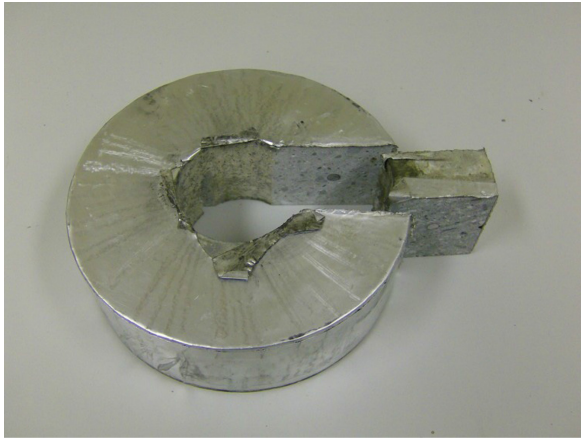
Wa : Ouverture apparente (μm)

3.4.2 Microscopie électronique à balayage

Un microscope électronique à balayage (MEB) couplé à l'analyse EDS (energy dispersive spectroscopy) a été utilisé pour étudier et caractériser les inclusions réactives ainsi que les produits d'autocicatrisation formés, après la dernière échéance de mesure.

Les fissures cicatrisées de certains échantillons sont examinées pour voir les produits formés. Les observations sont d'abord faites sur la surface de la paroi de la fissure. Ensuite, au niveau de la tranche, pour voir l'épaisseur de cicatrisation. La caractérisation microstructurale des produits de cicatrisation permettent d'obtenir à la fois des renseignements relatifs à la morphologie et à la répartition des constituants, et des informations cristallographiques et compositionnelles.

Le prélèvement des échantillons observés au MEB a été effectué en sciant un petit bloc de mortier dans l'éprouvette autour de la fissure. La fissure est ensuite ouverte délicatement à l'aide d'un poinçon et d'un marteau.



a- Extraction du bloc de mortier autour de la fissure



b- Ouverture de la fissure

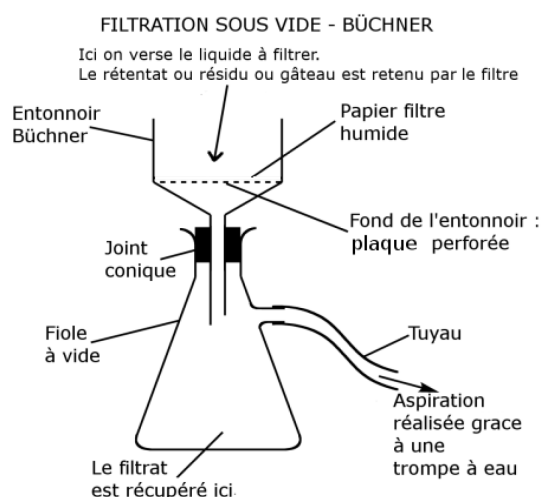
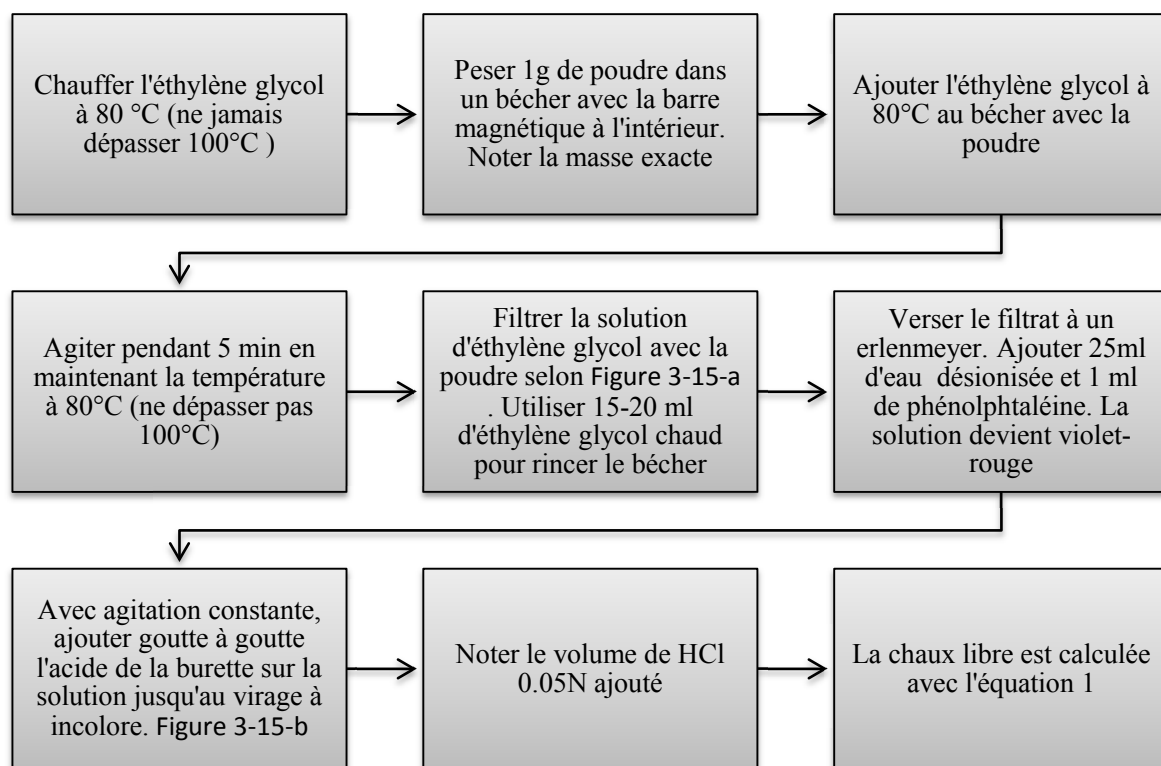
Figure 3-14. Préparation des surfaces des fissures à observer au MEB

3.4.3 Teneur en CaO libre

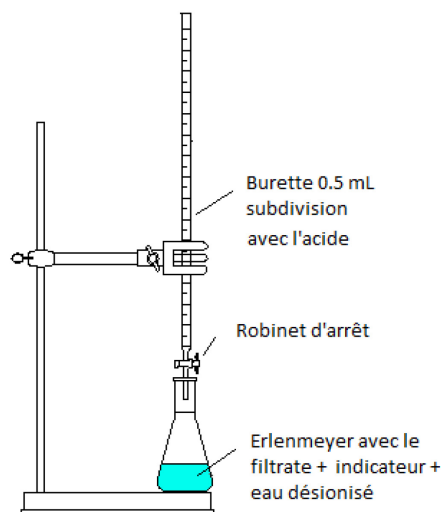
La méthode utilisée pour la détermination de la teneur en chaux libre du ciment et des autres inclusions réactives utilisées dans ce projet est basée sur son extraction par un solvant organique (Figure 3-15-a), suivie d'un dosage par un acide (Figure 3-15-b). Les réactifs utilisés sont :

- Éthylène glycol anhydre
- Acide hydrochlorique 0,05N
- Indicateur de Phénolphtaléine (1% solution en éthanol)
- Eau désionisée

La procédure d'extraction de chaux libre est la suivante :



a- Extraction de la CaO libre



b- Dosage par un acide de la chaux libre

Figure 3-15. Procédure d'extraction de la chaux libre

La teneur en chaux libre de l'échantillon est ensuite calculée selon l'équation suivante :

$$\% \text{ Chaux libre} = \frac{ml \text{ HCl} \times \text{normalité de HCl}}{10 \times \text{masse de réactif}} \times 28 \quad \text{Equation 3-2}$$

3.4.4 Analyses thermogravimétriques et calcul des teneurs en hydrates

L'étude de l'autocicatrisation par mesure du débit d'air dans les fissures permet d'établir les tendances de la cinétique de cicatrisation des fissures. Pour expliquer ces tendances, les mortiers sont soumis à une analyse thermogravimétrique afin de déterminer les quantités de ciment anhydre et de portlandite par gramme de mortier au moment de fissuration et déterminer la relation entre ces teneurs et le potentiel d'autocicatrisation.

Les analyses ont été effectuées sur des échantillons de mortier prises à l'intérieur des cubes de mortier de 50 mm * 50 mm * 50 mm. Les cubes sont fabriqués avec les mêmes mortiers utilisés pour fabriquer les anneaux destinés à l'étude de l'autocicatrisation par mesure de débit d'air. Ils sont également conservés dans les mêmes conditions dans une chambre humide (100% d'humidité relative et 23 ° C). Comme les anneaux de mortier, les cubes de mortier ont été séchés pendant 24 heures dans une étuve à 40 ° C. Juste avant l'analyse un petit échantillon est prélevé à partir du centre du cube et finement broyée. La quantité de mortier analysé à chaque fois est de 40 mg. L'analyse est répétée trois fois pour chaque mortier analysé.

3.4.4.1 Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'ATG est une technique d'analyse qui consiste à mesurer, d'une façon continue, les variations de masse d'un échantillon à l'aide d'une thermo balance en fonction de la température (ou du temps) dans un milieu inerte (gaz inerte: azote et argon ou hélium pour des essais à haute température) ou oxydant (dioxygène).

Un appareil d'analyse thermogravimétrique se compose typiquement d'une enceinte étanche permettant de maîtriser l'atmosphère de l'échantillon, d'un four permettant de gérer la température, d'un module de pesée (microbalance), d'un thermocouple pour mesurer la température et d'un ordinateur permettant de piloter l'ensemble et d'enregistrer les données. Selon les modèles, l'appareil peut être plus ou moins automatisé (commandes de la pompe à vide et ouverture et fermeture des gaz manuelles, ou bien commandes automatisées avec

électrovannes). Pour un échantillon en poudre on utilise typiquement une nacelle d'alumine (inerte à haute température) accrochée à une suspensoir ou une canne.

La thermogravimétrie fait intervenir quatre acteurs: l'échantillon, la masse, le temps et l'environnement. Son objectif est de caractérisation qualitative et quantitative des matériaux par mesure direct de leurs variations de masse avec la température. En effet, à chaque espèce qui se dégrade correspond une perte de masse, sur une plage de température définie, qui correspond à la dégradation du composant et donc à la libération de gaz. L'échantillon présente généralement une masse comprise entre 10 mg et 1g. La plage de température d'essai est généralement prédéfinie suivant l'appareil utilisé et le matériau analysé.

Dans le cas de ce projet, les analyses thermogravimétriques effectuées consistent à enregistrer en continu les variations de masse des échantillons en poudre (ajouts cimentaires et mortiers finement broyés) soumis à une rampe de température de 10°C par minute, allant de 35°C (température ambiante maximale) à 1000°C. On quantifie ainsi les espèces qui se déshydratent ou se décarbonatent à différentes plages de températures.

Les résultats obtenus des essais d'analyse gravimétriques sont présentés sous forme de courbes de variation de la masse (%) en fonction de la température (courbe ATG) généralement associée à leurs dérivées en fonction de la température (ATD). Celles-ci présentant un pic à chaque température de décomposition d'un élément permet de mieux repérer les plages de décomposition de chaque composante. La Figure 3-16 illustre un exemple d'analyse thermogravimétrique faite sur une pâte de ciment âgée de 28 jours contenant 10% d'un agent d'expansion interne à base de chaux libre. Le graphique montre la courbe ATG sur laquelle on peut voir trois changements brusques (drops) de masse. À chaque drop correspond un pic sur la courbe (ATD).

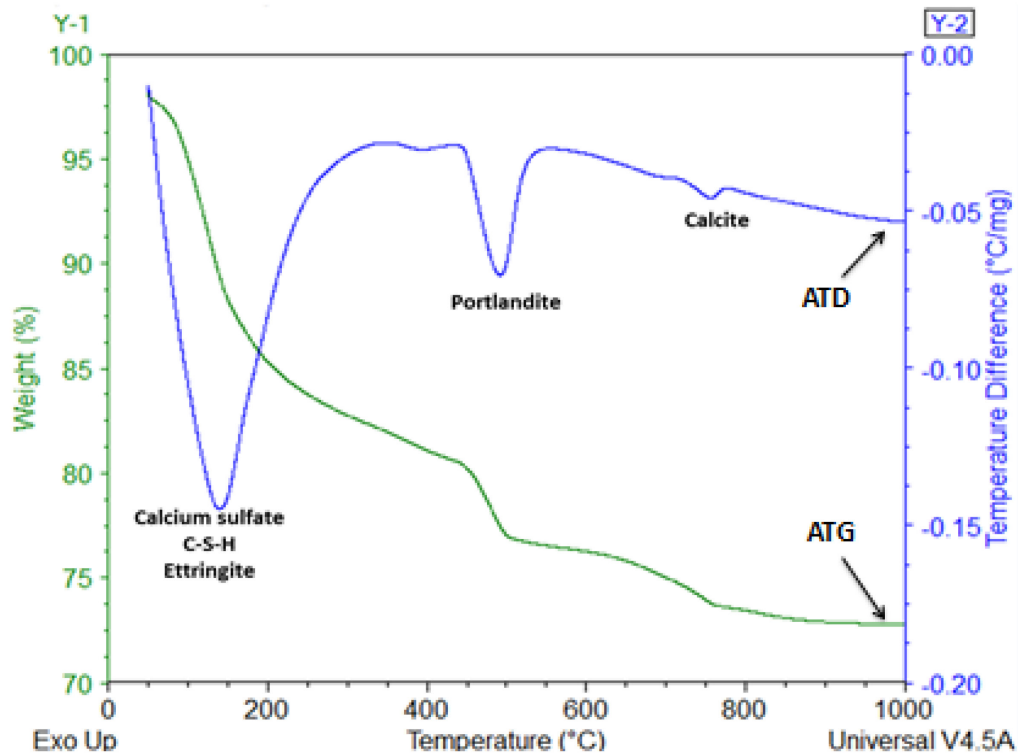
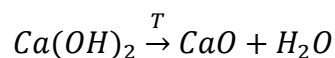


Figure 3-16. Courbes ATG et ATD d'une pâte de ciment contenant 10% d'un agent d'expansion interne à l'âge de 28 jours.

La Figure 3-16 présente un exemple typique des courbes ATG et ATD obtenues, dans le présent projet, des analyses des pâtes et mortiers.

Toutes les analyses ont présenté trois pics sur les courbes ATD. Un travail bibliographique a permis d'identifier l'espèce qui se dégrade à chaque pic et sur la plage de température qui lui correspond :

- Pic 1 : Apparaît généralement dans la plage de température [110°C-550°C]. Il correspond à l'évaporation de l'eau de C-S-H, des ettringites (AFt et AFm), de burcite et des hydrogarnets. (Hall et al. 1996; Kokaba 2010; Morandea 2014; Popic 2010)
- Pic 2 : Se produit dans la plage de température [400°C, 600°C] et correspond à la déshydratation de la portlandite. La réaction chimique qui se produit est la suivante :



- Pic 3 : Pic 3 correspond à la décarbonatation des carbonates de calcium et apparaît sur la plage de température [600°C, 800°C]. La libération du CO_2 se produit selon l'équation : $CaCO_3 \xrightarrow{T} CaO + CO_2$

Le Tableau 3-10 présente les plages thermiques de décomposition des différentes espèces susceptibles d'être présente dans une matrice cimentaire ainsi que les gaz dégagé lors de la dégradation.

Tableau 3-10. Plages de décomposition thermique des espèces chimiques susceptibles d'être présentes dans un matériau cimentaire (Hall et al. 1996; Morandeau 2014; Popic 2010)

Espèce	Plages de décomposition	Gaz dégagé
C-S-H	pic à 140°C, de 25 à 550°C	H ₂ O
Ettringite (AFt)	pic à 114°C, de 70 à 120°C	H ₂ O
AFm	200°C, de 180 à 200°C	H ₂ O
Brucite (Mg(OH) ₂)	350 à 450°C	H ₂ O
Hydrogrenats (C ₃ AH ₆)	270-300°C	H ₂ O
Portlandite	400 à 600°C	H ₂ O
Carbonates de calcium	600 à 800°C	CO ₂

Dans la littérature les plages de décomposition varient selon la rampe de température choisie et la composition du matériau analysé. Le Tableau 3-10 montre bien qu'il existe des plages de température où plus d'une seule espèce du matériau cimentaire se décompose.

La séparation entre les pics a été faite en considérant que le chevauchement des pics est négligeable. Le calcul de la perte de masse de chaque espèce est effectué en attribuant des plages de températures à chaque espèce chimique.

Le risque de surévaluer la quantité de portlandite si les pics CSH + Ettringite se prolongent au delà de 400°C ou si le dioxyde de carbone commence à être libéré par la calcite dans la

plage de température associée à la portlandite existe. Pour l'éviter, la méthode des tangentes est utilisée.

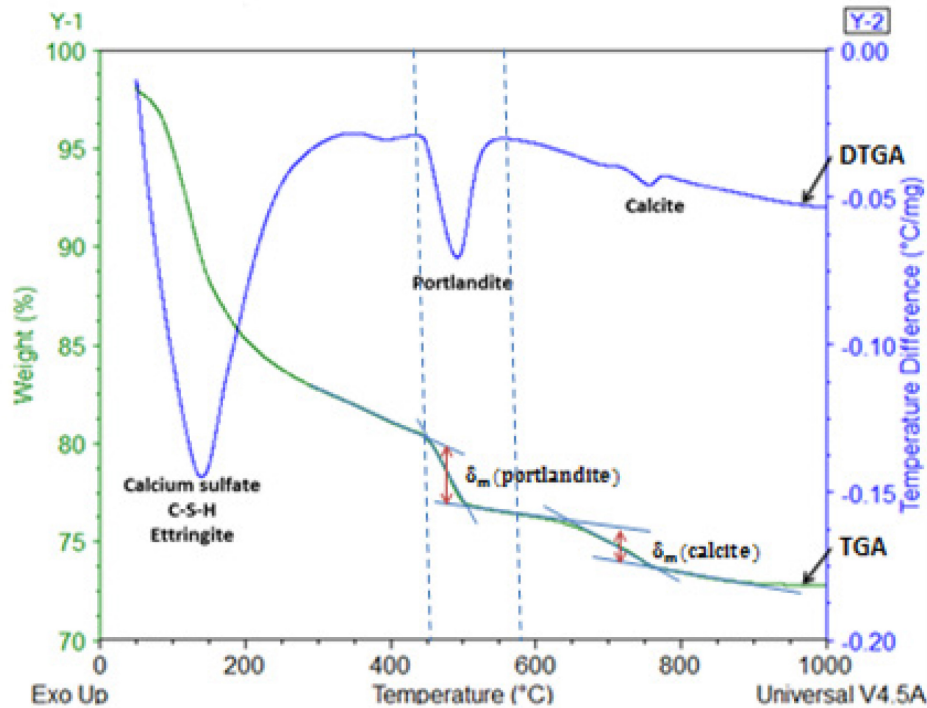


Figure 3-17. Méthode de la tangente pour le calcul de la perte de masse liée la dégradation de la portlandite et de la calcite

La méthode de la tangente, illustrée par la Figure 3-17 pour l'exemple de calcul de la perte de masse liée à la portlandite, a pour objectif d'isoler et quantifier la perte de masse liée à une seule espèce sur la courbe ATG. Pour le faire on procède en marquant les températures de début et de fin du pic de la courbe ATD associé à l'espèce qui se dégrade sur la courbe ATG (450°C et 575°C pour l'exemple illustré par la Figure 3-17). Les tangentes à la courbe ATG sont tracées à chaque point marqué. Une ligne est ensuite tirée le long de la pente de la courbe ATG. Elle intercepte les deux tangentes précédemment tracées, le segment de droite obtenu est marqué. Le point du milieu est trouvé et une ligne verticale, passant par ce point est tracée. La longueur de la ligne verticale entre les deux tangente (projetée sur l'axe Y) est liée à la perte de masse d'eau à partir de la portlandite ($\delta_m(\text{portlandite})$). La même procédure a été utilisée pour la détermination de la perte de masse correspondant à la décarbonatation de la calcite ($\delta_m(\text{calcite})$).

3.4.4.2 Calcul de de la teneur en portlandite des mortiers

La teneur en portlandite des mortiers (exprimée en mg/g_{mortier}) a été calculée selon la formule suivante :

$$P = \frac{\delta_m(\text{portlandite})}{m_{\text{échantillon}}} \times \frac{M_{Ca(OH)_2}}{M_{H_2O}} \quad \text{Equation 3-3}$$

Avec : $\delta_m(\text{portlandite})$ est la perte de masse due à la déshydratation de la portlandite obtenue à partir de l'analyse thermogravimétrique (g), $m_{\text{échantillon}}$ est la masse initiale (g) de l'échantillon de mortier analysé, $M_{Ca(OH)_2}$ est la masse molaire de la portlandite ($g.mol^{-1}$) et M_{H_2O} est la masse molaire de l'eau ($g.mol^{-1}$).

3.4.4.3 Teneur en ciment anhydre

L'estimation de la teneur en ciment anhydre des mortiers commence par le calcul de la fraction du ciment hydraté.

La fraction de ciment hydraté est d'abord déterminée en quantifiant la quantité d'eau liée chimiquement. Il s'agit de la perte de masse comprise entre 110 ° C et 1000 ° C (obtenue par analyse thermogravimétrique) de laquelle on soustrait la perte de masse « δ_m (calcite)» (perte de masse par décarbonatation de $CaCO_3$) (Popic 2010). Le calcul de la quantité d'eau liée chimiquement tient également compte de la perte au feu du ciment et du sable. La quantité d'eau liée chimiquement $W_n(t)$ exprimée en g/g_{ciment} en est calculée en utilisant l'équation suivante:

$$W_n(t) = \frac{m_{110}(t) - m_{1000}(t) - PF_{\text{sable}} m_{\text{sable}} - PF_{\text{ciment}} m_{\text{ciment}}}{m_{1000}(t) - m_{\text{sable}} (1 - PF_{\text{sable}})} \quad \text{Equation 3-4}$$

Avec:

$W_n(t)$	Quantité d'eau liée chimiquement à l'instant t
m_{110}	Masse de l'échantillon à 110°C
m_{1000}	Masse de l'échantillon à 1000°C
PF_{sable}	Perte au feu du sable
PF_{ciment}	Perte au feu du ciment

Pour déterminer la fraction de ciment hydraté, il est nécessaire d'avoir la quantité totale d'eau liée chimiquement dans le cas d'une hydratation complète du ciment : $W_n(t \rightarrow \infty)$. Cette valeur est fixe et est calculé à partir de la quantité d'eau consommée dans les réactions d'hydratation de quatre principales phases minérales du ciment et des proportions de chaque phase minérale du ciment.

Powers et Brownyard (1947) ont étudié les différentes formes de l'eau dans la pâte de ciment hydraté, ainsi que le développement de sa microstructure. Powers a développé un calcul selon lequel il faut 0.23g d'eau pour hydrater complètement 1g de ciment (Brouwers 2004, 2005). Le calcul utilisé dans son modèle est :

$$\frac{W_n^0}{C} = 0,187(C_3S) + 0,158(C_2S) + 0,665(C_3A) + 0,213(C_4AF) \quad \text{Equation 3-5}$$

Avec :

- W_n^0 : poids d'eau non évaporable pour une pâte de ciment complètement hydratée (en g.)
- C : poids de ciment du volume considéré (en g.)
- (...) : teneur de la phase considérée (en %)

Avec comme conditions :

- Il y a suffisamment de place disponible pour tous les produits d'hydratation
- Il y a suffisamment d'eau disponible pour qu'il y ait hydratation

La fraction de ciment hydraté $\alpha(t)$ est estimé en divisant la quantité d'eau liée chimiquement à l'instant t, $W_n(t)$, par la quantité totale d'eau liée chimiquement dans le cas de l'hydratation complète du ciment dans l'échantillon de mortier $W_n(t \rightarrow \infty)$:

$$\alpha(t) = \frac{W_n(t)}{W_n(t \rightarrow \infty)} \quad \text{Equation 3-6}$$

La quantité de ciment anhydre par gramme de mortier à l'instant t $C_A(t)$ est calculée selon l'équation suivante:

$$C_A(t) = (1 - \alpha(t)) \times C_I \quad (mg/g_{mortier}) \quad \text{Equation 3-7}$$

Avec C_I est la quantité initiale de ciment par gramme de mortier exprimée en ($mg/g_{mortier}$) .

CHAPITRE 4

MATÉRIAUX

L'objectif de ce chapitre est la présentation détaillée des différentes inclusions réactives sélectionnées dans ce projet pour étudier leurs effets sur le potentiel d'autocicatrisation des mortiers et la justification de ces choix.

4.1 Ciment

Le ciment utilisé dans tous les mélanges est un ciment portland canadien à usage général (GU) (similaire à CEM1 et ASTM Type 1) qui satisfait toutes les exigences de la norme CSA actuelle (CSA A3001-08). La composition chimique et les propriétés physiques du ciment sont présentées au Tableau 4-1.

Tableau 4-1. Caractéristiques physico-chimiques du ciment

Composition chimique (%)		(Bogue) Composition mineralogique (%)	
SiO ₂	20,8	C ₃ S	54
Al ₂ O ₃	4,3	C ₂ S	19
Fe ₂ O ₃	2,4	C ₃ A	7,2
CaO	62,5	C ₄ AF	7,4
MgO	2,2	Propriétés physiques	
SO ₃	3,5	Finesse Blaine (m ² /kg)	397

4.2 Sable

Le sable est un sable normalisé (Ottawa) principalement constitué de silice non réactive. C'est un sable qui passe par le tamis n ° 20 (850µ) et est retenue sur le tamis numéro 30 (600µ). Sa densité est de 2,65.

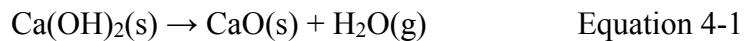
4.3 Inclusions réactives riches en oxyde calcium

L'oxyde de calcium est une matière présente dans plusieurs matériaux de construction. Elle est la composante principale de la chaux vive. Elle fait partie, avec une teneur variable, des cendres volantes, des laitiers des hauts fourneaux et du ciment. L'oxyde de calcium est utilisé présentement comme agent expansif pour le contrôle des retraits du béton.

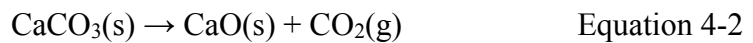
4.3.1 Oxyde de calcium : Caractéristiques physico-chimiques et réactivité

L'oxyde de calcium est une substance chimique : CaO . Elle se présente généralement sous forme d'une poudre de couleur blanche. Elle est obtenue soit :

- Par calcination de l'hydroxyde de calcium à 512°C :



- Par calcination du carbonate de calcium à 800°C :



Mis en contact avec de l'eau, l'oxyde de calcium réagit violemment en produisant de la chaleur, selon la réaction :



On obtient ainsi la chaux dite « éteinte » (elle ne réagit plus avec l'eau). Celle-ci est plus volumineuse que la chaux vive. Par carbonatation à l'air libre (grâce au CO_2 atmosphérique) elle devient du carbonate de calcium (CaCO_3), ou calcaire, retrouvant sa solidité initiale

4.3.2 Agent d'expansion interne à base d'oxyde de calcium

4.3.2.1 Généralités

Les retraits empêchés sont une des principales causes de la fissuration des bétons à jeune âge. Il existe deux phénomènes responsables de ces retraits. Le premier phénomène sur l'échelle du temps est provoqué par la réaction d'hydratation du ciment. Il est connu que les produits de la réaction ont un volume massique plus faible que les volumes massiques des réactifs. C'est Le Chatelier qui a mis en 1900 ce phénomène en évidence, et, pour cette raison, on l'appelle contraction Le Chatelier. Lorsque la pâte de ciment n'a pas encore fait prise, la contraction Le Chatelier peut se développer librement.

Lorsque la pâte a fait prise et se comporte comme un solide, le phénomène se poursuit, grâce à l'entrée en jeu de tensions capillaires dans la microstructure du ciment durci, mais de manière moins intense. Le squelette solide ainsi créé s'opposant à la diminution de volume. On nomme cette composante le retrait endogène, puisqu'elle est inhérente aux réactions chimiques du matériau. Le retrait endogène est faible et même négligeable pour les bétons ordinaires, mais assez élevé pour les bétons de haute résistance (il peut atteindre 0,25 mm/m).

Le deuxième phénomène sur l'échelle temporelle vient de la présence d'eau libre dans la microstructure. En général on gâche un béton ordinaire avec une proportion d'eau d'environ 60% de la masse de ciment, alors que celui-ci n'en demande que 25% de sa masse pour l'hydratation complète. Les 35% restants vont donc, une fois le béton durci, rester dans la porosité du squelette cimentaire. À la fin de la période de cure, le béton est exposé aux conditions environnementales. Une baisse de l'humidité ambiante déclenche l'évaporation de l'eau des pores. L'eau qui migre sous forme de vapeur va donc provoquer une dessiccation. Cette dessiccation est similaire à celle d'une éponge qui rétrécit en séchant. Ce phénomène est expliqué par la formation de tensions capillaires dans les pores de taille inférieure à 1 μm , ce qui a pour conséquence de rapprocher les parois solides les unes des autres. Cette composante du retrait est appelée le retrait de dessiccation. Le retrait sera stabilisé lorsque la microstructure du béton sera en équilibre hydrique avec le milieu extérieur.

Si le béton est libre de tout encastrement, il peut rétrécir librement et ne risque pas de fissurer. Par contre dans le cas où le retrait est empêché, comme le cas d'une dalle ou une poutre encastree à des appuis (Figure 4-1-a) ou d'un nouveau béton adhérent à un ancien béton (Figure 4-1-b), le retrait provoque la fissuration du béton.

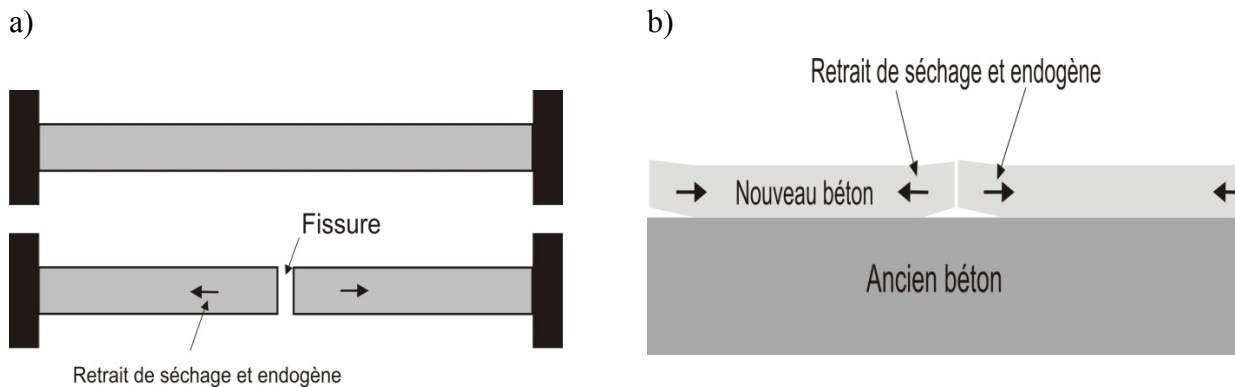


Figure 4-1. Fissuration due aux retraits empêchés

Pour contrôler les retraits et empêcher la fissuration des solutions sont proposées, ces solutions peuvent être réparties en deux catégories :

Béton à retrait compensé

Dans ce type de béton une expansion ayant lieu durant la période mûrissement humide permet de compenser la déformation due au retrait. Dans la mesure où l'expansion se produit au très jeune âge, dans les premiers jours suite à la prise du béton, cette déformation initiale génère plutôt une précontrainte de compression dans le béton. Ainsi, le béton à retrait compensé peut, en principe, avoir un bilan de déformations nul, ce qui éliminerait les risques de fissuration grâce à l'effet de précontrainte généré par l'expansion initiale du matériau. La Figure 4-2, qui présente la variation des déformations en fonction du temps à jeune âge d'un béton ordinaire et d'un béton à retrait compensé, illustre bien le concept du béton à retrait compensé.

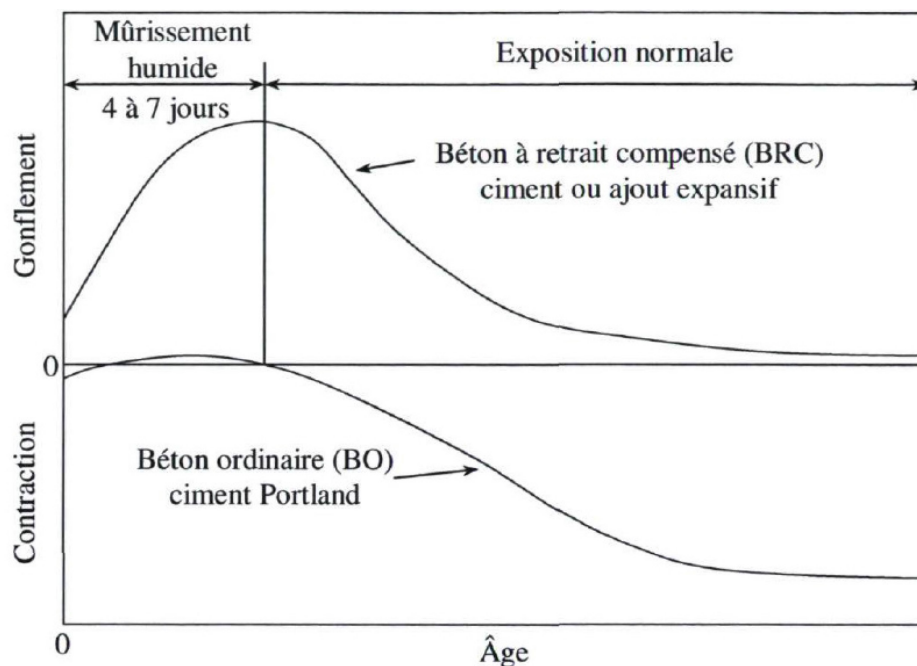


Figure 4-2. Représentation schématique des variations de longueur d'un béton ordinaire et d'un béton à retrait empêché (d'après ACI 223-93 1994)

Mécanismes d'expansion

Différents mécanismes peuvent produire cette expansion initiale. Les deux plus importants sont :

- Mécanisme à base de sulfoaluminate de calcium : Dans ce cas, l'agent d'expansion est essentiellement composé d'un mélange de sulfoaluminate de calcium (C4A3S) et de chaux vive (CaO) qui aboutit à la formation rapide d'ettringite pendant le durcissement du béton [Ish-Shalom et Bentur 1974]. Afin de se produire, la réaction d'expansion par formation d'ettringite nécessite la disponibilité d'une grande quantité d'eau pendant les premiers jours. Dans des conditions optimales, 7 jours de cure humide sont suffisants pour obtenir l'expansion maximale qui est atteinte après 4 à 7 jours [Bissonnette et al. 2014]. La température externe joue un rôle très important sur l'expansion finale, à une température inférieure à 5 ° C le mécanisme d'expansion est ralenti et n'atteint pas l'expansion prévue à 20 ° C.
- Mécanisme à base de chaux traitée à haute température (dead-burn CaO) : La chaux vive (dead-burn CaO) produit des cristaux de portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) quand elle entre en contact avec de l'eau. L'expansion observée est très rapide et atteint son maximum

dans les 48 heures. La formation de cristaux portlandite nécessite également la présence d'eau. Une cure humide efficace doit être mise en place afin d'atteindre l'expansion attendue. L'expansion est très rapide et se produit essentiellement pendant les premières 24 heures. Par conséquent, il est très important que la prise du béton ne soit pas trop retardée par la température ambiante ou par les adjuvants utilisés dans le mélange.

Adjuvants expansifs

Les adjuvants expansifs sont vendus sous forme de poudres qui sont ajoutées au béton, généralement en les diluants avec le ciment. Ce type de béton est utilisé dans les constructions où il est absolument nécessaire de réduire autant que possible la fissuration du béton lié à un séchage et / ou de retrait endogène. La principale application pratique des agents d'expansion face à la construction de dalles de béton sur le sol, les murs et les grandes réparations du béton (Collepardi et al. 2005; Lessard et Gagné 2009). Cette expansion interne peut être produite en utilisant différents types d'agents d'expansion qui produisent des hydrates expansifs quand ils réagissent avec l'eau. La cinétique et l'intensité de cette expansion interne dépendent de différents paramètres, en particulier:

- - La nature chimique de l'agent expansif
- - Le dosage de l'agent expansif
- - Le type et la durée de durcissement de l'eau
- - Le dosage de ciment

Dans le présent projet, on s'intéresse particulièrement à un ajout expansif à base de CaO libre. Il s'agit d'une poudre beige commercialisée dans le marché de matériaux de construction que l'on ajoute au béton soit en substitution ou en ajout au liant et dont la densité est de l'ordre de 3,14. La prochaine section présente les caractéristiques physico-chimiques de cette poudre ainsi qu'un aperçu de son action sur le béton.

4.3.2.2 Agent d'expansion interne utilisé

L'agent d'expansion interne utilisé est un adjuvant expansif (EA) de Type G commercialisé au Canada et utilisé pour réduire et compenser le retrait du béton à base de ciment Portland.

Il est utilisé avec un dosage de 3 à 6% en ajout ou en substitution de ciment. La cure de 7 jours est nécessaire dans ce cas. Il peut être utilisé dans plusieurs domaines d'applications intérieures et extérieures comme le béton pour dalles, tabliers et piliers de ponts, structures de stationnements, réservoirs de stockage et constructions étanches.

Les développements des expansions/retraits mesurés par une corde vibrante avec le temps pour deux bétons à haute performance ($E/C=0,3$) avec fumée de silice, ont été testés (Figure 4-3). L'un des deux bétons contient l'agent expansif EA (6% en ajout au ciment).

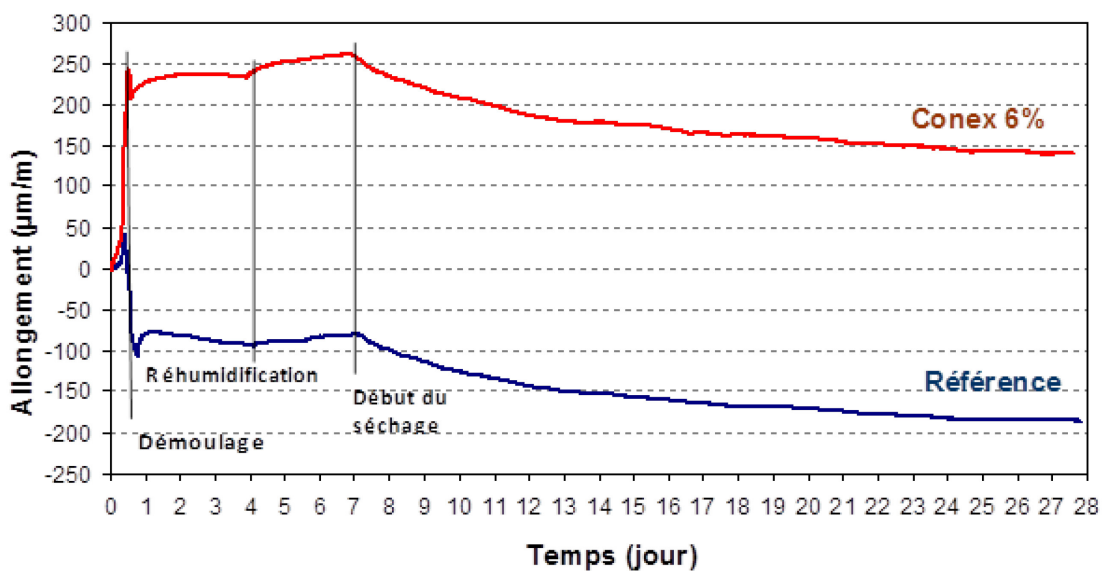


Figure 4-3. Mesure de retrait avec une corde vibrante. [Lessard et Gagné, 2009]

Un allongement d'environ 250 $\mu\text{m/m}$ est mesuré dans le béton contenant les 6% d'ajout de EA. Cet allongement est maintenu pendant les 7 jours de cure humide. Avec le début du séchage, il commence à diminuer sous l'effet du retrait jusqu'à ce qu'il se stabilise à une valeur d'environ 150 $\mu\text{m/m}$ vers l'âge de 28 jours. Quant à la référence, un léger allongement ($<50 \mu\text{m/m}$) est observé pendant les premières heures de prise suivi d'un retrait continu qui atteint une valeur d'environ -190 $\mu\text{m/m}$ à 28 jours.

L'utilisation de cet adjuvant n'engendre pas une perte d'affaissement, et il peut être utilisé de pair avec d'autres adjuvants. Il est compatible avec la majorité des ciments Portland et il

n'affecte pas les résistances mécaniques. L'utilisation de cet EA n'affecte pas la teneur en air, le temps de prise ou d'autres caractéristiques du béton frais. Les résistances aux cycles de gel/dégel et à l'écaillage dû au sel ne sont pas affectées si un réseau de bulles d'air adéquat est présent (Lessard et Gagné 2009).

Une campagne d'essais de caractérisation a été menée dans le cadre de ce projet de doctorat pour déterminer la composition exacte du EA. L'analyse au diffractométrie de rayons X a permis de déterminer sa composition en oxydes présentées par le Tableau ci-dessous :

Tableau 4-2. Composition en oxydes du CONEX

Oxyde	Pourcentage dans l'échantillon de EA (%)
SiO₂	13,4
TiO₂	0,41
Al₂O₃	5,81
Fe₂O₃	2,13
Mn₃O₄	0,02
MgO	2,00
CaO	68,2
Na₂O	0,43
K₂O	0,20
P₂O₅	0,48
SO₃	0,59
V₂O₅	0,01
Cr₂O₃	0,01
SrO	0,14
ZrO₂	0,01
BaO	0,23
ZnO	0,01
HfO₂	0,01
LOI%	-0,39
PAF	6,24

Cette composition en oxyde suggère que l'agent expansif EA est composé de chaux vive avec un autre ajout minéral. Le pourcentage en oxyde de calcium obtenu par cette analyse inclut la chaux libre ainsi que l'oxyde de calcium présent dans l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂), dans le carbonate de calcium (CaCO₃) et dans d'autres ajouts minéraux éventuels présents dans l'agent expansif EA.

Un test d'extraction de chaux libre a donc été fait pour déterminer la teneur en chaux libre d'un échantillon de EA. La teneur en chaux libre obtenue par ce test est de 58,3%.

4.3.3 Cendres volantes de Kruger

4.3.3.1 Généralités

Depuis le XIV^e siècle, des ajouts cimentaires sont introduits dans les formulations des bétons afin de réduire la consommation de ciment et produire des bétons plus écologiques.

La première norme CSA concernant les ajouts cimentaire date de 1998. Les ajouts cimentaires communs sont la fumée de silice (FS), les cendres volantes (CV), les pouzzolanes naturelles (N) et les laitiers (L). Les trois premiers sont des matériaux pouzzolaniques, c'est-à-dire qu'ils utilisent la portlandite produite par l'hydratation du ciment pour produire d'autres gels de silicates hydratés. Le laitier est quant à lui un liant hydraulique, c'est-à-dire qu'il est capable de réagir seul en présence d'eau à condition d'être activé.

Les cendres volantes désignent les fines vitrifiées récupérées à partir des gaz dégagés par la combustion de charbon au cours de la production d'électricité. Mélangées avec de la chaux et de l'eau, les cendres volantes issues des centrales électriques forment un composé cimentaire dont les propriétés ressemblent à celles du ciment portland. Le laitier est un matériau vitreux formé lorsque le produit qui surnage au-dessus de la fonte dans les hauts fourneaux est refroidi rapidement. La FS est un sous-produit de la fabrication du silicium, du ferrosilicium ou d'autres alliages contenant du silicium, qui est récupéré dans les gaz d'échappement des fours. L'aspect réactif de tous ces ajouts cimentaire provient de leur teneur en silicium active résultant du refroidissement très rapide qui permet d'emmagasiner de l'énergie pour ensuite pouvoir réagir dans le béton.

Chaque catégorie d'ajout cimentaire est définie par certaines exigences, notamment au niveau de la composition chimique et de certaines propriétés physiques [CSA, 2008b]. Ces exigences chimiques et physiques sont résumées au Tableau4-3 et au Tableau4-4 respectivement. Il existe présentement trois classes de cendre volantes, selon leur teneur en CaO. Il existe également deux classes de fumée de silice.

Tableau4-3. Exigences chimiques pour les ajouts cimentaires normalisés

Propriétés	N	CV F	CV CI	CV CH	L	FS	FS I
CaO (%)	-	< 8	8-20	> 20	-	-	-
SO ₃ (% max)	3	5	5	5	4	1	1
S (% max)	-	-	-	-	2,5	-	-
PAF (% max)	10	8	6	6	-	10	10
SiO ₂ (% min)	-	-	-	-	-	85	75

Tableau4-4. Exigences physiques pour les ajouts cimentaires normalisés

Propriétés	N	CV F	CV CI	CV CH	L	FS	FS I
> 45 µm (% max)	34	34	34	34	20	10	10
Autoclave (% exp. max)	0,8	0,8	0,8	0,8	0,5	0,2	0,2
Activité pouzzolanique min à 7 jours (% du témoin)	-	-	-	-	-	-	105
Activité pouzzolanique min à 28 jours (% du témoin)*	75	75	75	75	80	-	-
Tendance à entraîner de l'air	-	-	-	-	-	-	Pas de mousse visible

Certains sous-produits industriels montrent des propriétés hydrauliques et/ou pouzzolaniques intéressantes, sans répondre aux exigences de la norme CSA sur les ajouts cimentaires. Une norme CSA a été établie pour gérer l'utilisation de ces sous-produits [CSA, 2008a]. Cette norme inclut un large éventail de matériaux pouvant contribuer aux performances à court et/ou à long terme des bétons. Des cendres provenant de l'incinération ou de la co-combustion, au lieu de la pulvérisation du charbon, peuvent satisfaire cette norme. C'est le cas des cendres volantes utilisées dans la présente étude notamment les cendres volantes de biomasse fournies par la compagnie Kruger (KFA).

Il s'agit en effet de cendres volantes appartenant à une famille de cendres volantes dites alternatives. La source de ces cendres est la combustion et le refroidissement à une température adéquate des boues de désencrage provenant des usines de pâtes et papiers, des boues des eaux usées, des déchets municipaux, des déchets des matériaux de construction,

des pneus, des déchets des industries du bois et de la tourbe. La composition de la cendre volante dans ce cas sera fonction des différentes matières premières qui serviront de combustible. Elle diffère de celle des cendres normalisées principalement par une forte teneur en CaO.

Les cendres volantes de biomasse KFA appartiennent à la famille des cendres volantes alternatives. Le **Tableau 4-5** présente la composition chimique de quelques cendres par Roby (2011). Le Tableau montre la grande variabilité de la composition qui change selon la provenance et la proportion des boues dans les matériaux brûlés.

Tableau 4-5. Caractéristiques chimiques et physiques des CVK (Roby 2011)

Date de production	Avr.08	Nov.08	Déc.08	Avr.09	Jan.10	Mai 10
Nom utilisé	CVK 1	CVK 2	CVK 3	CVK 4	CVK 5	CVK 6
SiO ₂	24,87	26,60	29,12	20,18	20,73	35,52
Al ₂ O ₃	14,08	14,41	14,50	10,16	12,47	20,62
Fe ₂ O ₃	1,66	1,76	2,40	1,89	1,53	2,01
CaO	45,12	35,17	32,85	44,44	49,55	31,43
MgO	1,88	2,42	3,02	2,14	2,60	2,36
SO ₃	1,86	3,41	4,55	4,25	6,60	1,63
K ₂ O	0,77	0,72	1,01	0,71	0,56	0,92
Na ₂ O	0,72	0,46	0,64	0,42	0,61	0,95
Alcalis équivalents	1,23	0,94	1,30	0,89	0,98	1,56
CaO libre	11,64	4,67	3,39	6,82	12,60	3,06
Cl	0,43	0,84	1,79	1,22	N/A	N/A
TiO ₂	0,94	0,88	1,02	0,68	1,42	2,29
P ₂ O ₅	0,97	0,56	1,34	0,58	0,67	1,04
SrO	0,12	0,04	0,09	0,07	0,05	0,04
Mn ₂ O ₃	0,11	0,07	0,09	0,11	0,07	0,10
Cr ₂ O ₃	0,01	0,01	0,02	0,01	0,02	0,04
ZnO	0,03	0,05	0,06	0,04	0,16	0,13
PAF	6,44	12,59	7,53	13,08	2,71	0,63
Densité Surface	2,67	2,57	2,50	2,91	2,90	2,68
spécifique Blaine (m ² /kg)	1195	614	483	1225	885	520
% < 3 µm	63	36	39	46	45	35

Tout comme les autres cendres volantes alternatives, les KFA sont caractérisées par : une chaleur dégagée plus grande, puisqu'elles contiennent une quantité plus importante de CaO (qui réagit rapidement) que les cendres volantes normalisées. De plus, elles ont une plus grande finesse (entre environ 500 et 1250 m²/kg contre 400 et 700 m²/kg pour les cendres volantes normalisées), augmentant ainsi les réactions à jeune âge. Le temps de prise est donc

plus court, le gain de résistance devrait se faire à plus court terme et la demande en eau ainsi que la demande en superplastifiant augmentent.

Les travaux de Roby (2011) ont relevé que certaines KFA provoquent des gonflements dans le béton comme le montre la Figure 4-4. Il semble que ce gonflement puisse être relié à la forte teneur en CaO dans ce type de cendre.



Figure 4-4. Gonflement apparent (Mélange avec 20% CVK 4 et Viscocrete 2100, E/L=0,4) (Roby 2011)

Les expansions provoquées par des cendres volantes de biomasse ont été évaluées par Faubert (2008). Ces expansions sont mesurées via des cordes vibrantes sur des échantillons de différentes formulations de différentes conditions de conservation. Le Tableau 4-6 présente les formulations étudiées.

Tableau 4-6. Formulations des bétons (Faubert 2008)

Mélange	Rapport E/L	Pourcentage de KFA
REF40	0,40	0
CVK40-30	0,40	30
CVK40-40	0,40	40
REF55	0,55	0
CVK55-30	0,55	30
CVK55-40	0,55	40

Les éprouvettes ont été soumises à une cure humide. Les variations des expansions mesurées sur les échantillons sont présentées par la Figure 4-5 et la Figure 4-6.

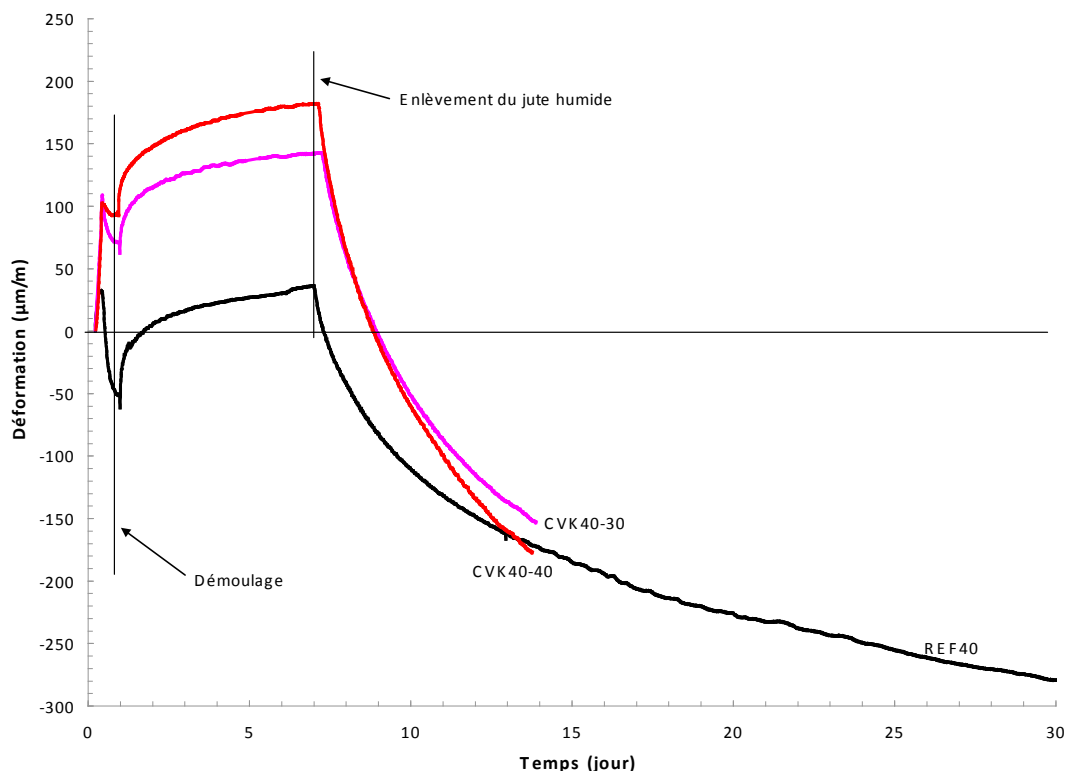


Figure 4-5. Variations d'allongement des éprouvettes, cure humide, $E/L = 0,40$ [Faubert, 2008].

Pour les mélanges à $E/C = 0,4$, pendant les 24 heures suivant la coulée des éprouvettes, il se produit un gonflement du béton de 105 à 120 $\mu\text{m/m}$ dans les poutres contenant des KFA, en comparaison avec le mélange de référence qui n'a qu'une expansion de 40 $\mu\text{m/m}$. Durant les 7 jours qui suivent, l'expansion des éprouvettes continue car le béton absorbe l'eau fournie par la jute humide. Cette expansion est de 140 $\mu\text{m/m}$ pour le mélange CVK40-30, de 180 $\mu\text{m/m}$ pour le mélange CVK40-40 et de 35 $\mu\text{m/m}$ pour le mélange REF40. Une semaine après l'enlèvement de la jute humide, les valeurs de retrait sont de -155 $\mu\text{m/m}$, -180 $\mu\text{m/m}$ et -175 $\mu\text{m/m}$. Malgré l'expansion initiale supérieure au béton de référence, les bétons contenant des KFA ont un retrait de séchage plus brusque que celui-ci (Figure 4-5).

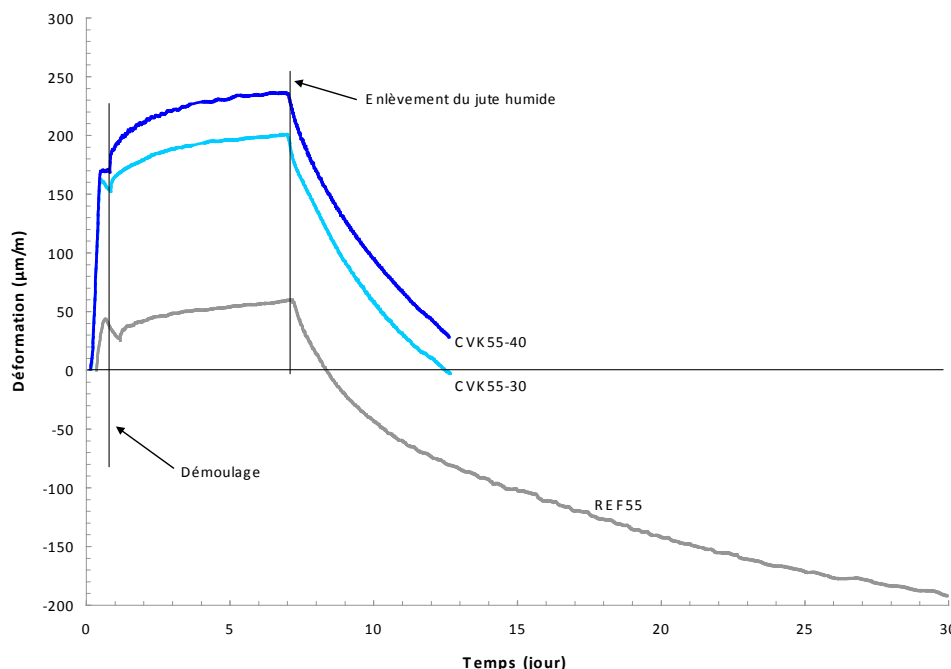


Figure 4-6. Variations d'allongement des éprouvettes, cure humide, E/L = 0,55 [Faubert, 2008].

En ce qui concerne les mélanges à E/C = 0,55, les éprouvettes CVK55-30 et CVK55-40 atteignent respectivement une expansion de 195 $\mu\text{m/m}$ et de 230 $\mu\text{m/m}$, jusqu'à l'enlèvement de la jute humide. Une semaine après l'enlèvement de la jute, ces valeurs atteignent - 5 $\mu\text{m/m}$ et 30 $\mu\text{m/m}$. Le mélange de référence REF55 atteint, après sa cure humide une valeur maximale de 55 $\mu\text{m/m}$ et après une semaine de cure dans l'air, -80 $\mu\text{m/m}$ (Figure 4-6).

Selon Faubert (2008), la présence de KFA dans le béton crée une expansion due à l'hydratation de la chaux de 105 à 120 $\mu\text{m/m}$ pendant les 24 premières heures qui suivent la coulée. Après deux semaines, le retrait endogène est inférieur à l'expansion initiale du béton, contrairement aux mélanges de référence qui présentent un retrait total beaucoup plus élevé. Cet effet est comparable à celui (décrit dans le paragraphe précédent) de l'agent d'expansion interne à base d'oxyde de calcium.

4.3.3.2 Caractéristiques des cendres volantes de Kruger utilisées

Deux arrivages de cendres volantes de Kruger qui ont été reçues à différents moments de la production de l'usine de pâtes et papiers Kruger sont utilisés dans le présent projet. Leur

composition chimique ainsi que quelques caractéristiques physiques sont présentées au **Tableau4-7**. Les deux CVK ont une teneur importante en CaO, suivi du SiO_2 et du Al_2O_3 . Il est possible de constater que leurs compositions ainsi que leurs caractéristiques physiques sont très proches. Sauf pour la teneur en CaO libre qui est de 9% pour les KFA-9 et de 17% pour le KFA-17.

Tableau4-7. Caractéristiques chimiques et physiques des Cendres volantes de Kruger utilisées dans le projet

Date de production	Decembre 2011	Avril 2012
Nom	KFA-9	KFA-17
SiO₂	19	20.2
Al₂O₃	10.6	11.0
Fe₂O₃	1.9	1.9
CaO	52.5	52.4
MgO	2.3	2.1
SO₃	5.4	4.7
Chaux libre	9	17
Perte au feu	3,89	3
Finesse Blaine (m²/kg)	1049	1026
Densité (g/cm³)	3,05	2,9

4.4 Inclusions réactives à base de silice amorphe : Micro-granulats de verre

4.4.1 Généralités

Le verre est un matériau artificiel solide, fragile, et transparent. Généralement il contient plus que 60 % de silice SiO_2 et se présente sous forme plate, creuse ou en fibres. Il est obtenu par fusion et refroidissement brusque d'un mélange de sable, de chaux et un fondant. Il existe plusieurs types de verre qui diffèrent les uns des autres par la composition chimique, le processus de fabrication et les matières premières.

Le verre est utilisé dans plusieurs secteurs industriels tels que l'industrie de l'emballage et la fabrication des ampoules électriques, des produits optiques et des vitres des bâtiments. Il peut également être associé à d'autres matières plastiques ou métalliques pour fabriquer des matériaux composites.

Après avoir servi, le verre est récupéré au moyen de plusieurs systèmes de collecte. Au Québec, il est estimé que 244 000 tonnes de résidus de verre ont été générées en 2008. Plus que la moitié est issu du secteur municipal le reste vient du secteur industriel, commercial et institutionnel. [Recyc Québec, 2010]

Le verre recyclé suit généralement deux voies de recyclage principales :

- Réutilisation : Essentiellement pour les contenants de verre alimentaire : bouteilles, pots...
- Réintroduction dans la fabrication de verre : Le verre recyclé est broyé et utilisé comme matière première de fabrication d'autres produits de verre.

Quand les résidus de verre sont homogènes incolores ou de couleur unique, ces deux chemins présentent un intérêt économique considérable. Ce qui n'est pas le cas pour les mélanges de plusieurs types de verre. Un nouveau débouché est en train d'être mis au point par des travaux de recherche pour mieux valoriser les verres recyclés en l'introduisant dans l'industrie des liants hydrauliques. En effet, le verre est riche en silice amorphe pouvant être activée par simple broyage et transformée en matériau pouzzolanique.

Caractéristiques physico-chimiques du verre

Le verre est un matériau non cristallin composé principalement de la silice ($\text{SiO}_2 > 60\%$) et d'autres éléments mineurs provenant des impuretés de quartz et des fondants utilisés (exemple : CaO , Na_2O). La silice présente dans le verre est vitreuse.

La silice cristallisée (cristobalite) est composée de tétraèdres de silice organisés dans un réseau continu et régulier.

L'étude par la diffraction des rayons X de la silice vitreuse montre que les distances interatomiques sont conservées et identiques à celle de la silice cristallisée. Ceci montre que les tétraèdres continuent à exister, mais dans un réseau irrégulier et désorienté (Figure 4-7).

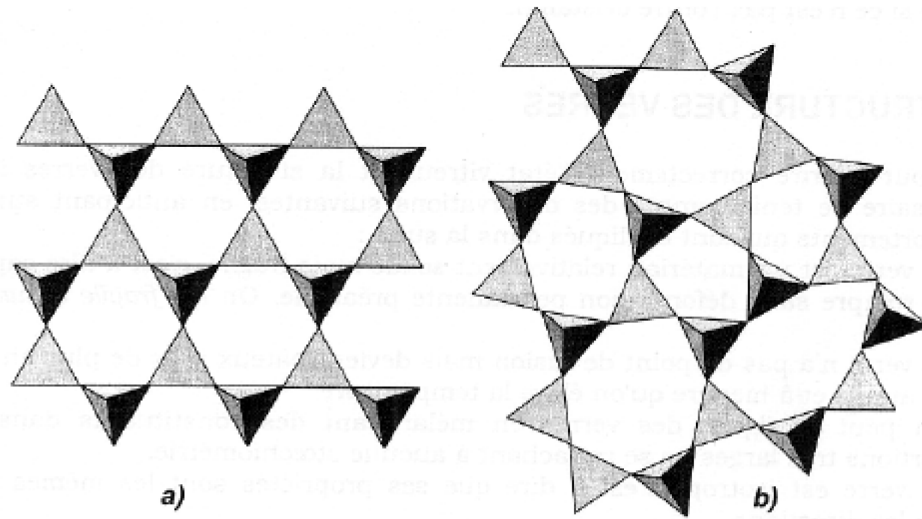


Figure 4-7. a) structure de la silice cristallisée (cristobalite). b) structure de la silice vitreuse. [Idir, 2009]

Le verre est utilisable dans le béton sous deux formes :

- Granulats fins : le verre est concassé en particules dont la taille correspond à celle des grains de sable.
- Poudre fine : le verre recyclé est broyé (micronisé) pour être utilisé comme ajout cimentaire (Figure 4-8).



Figure 4-8. Poudre de verre recyclé (Tricentris 2012).

4.4.2 Réaction alcali-silice

La réaction alcali-silice (RAS) est provoquée par une réaction entre les ions hydroxydes dans la solution interstitielle du ciment et la silice réactive. Un gel est produit, qui augmente de volume en absorbant de l'eau et exerce donc une pression expansive, entraînant une défaillance du béton.

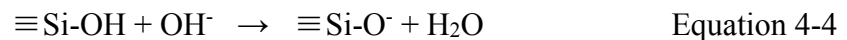
La réaction se développe sous les trois conditions suivantes :

- Présence de la silice réactive.
- Humidité relative supérieur à 80-85%.
- Concentration élevée en alcali (supérieure à un seuil critique)

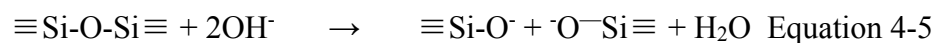
Les mécanismes de la réaction alcali-silice n'est pas encore complètement compris. Certains auteurs affirment qu'elle se produit sur la surface du granulat réactif : Approche topochimique. Cette approche suppose que la formation du gel résulte de l'accomplissement de trois phases consécutives (Grimal 2007) :

Phase 1 : Décomposition des groupes silanol et siloxane

- ✓ La silice est attaquée à la surface composée de groupes silanol qui réagissent avec les hydroxydes alcalins de la solution interstitielle alcaline :

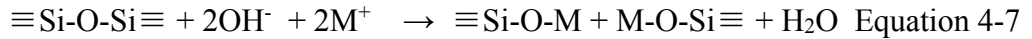
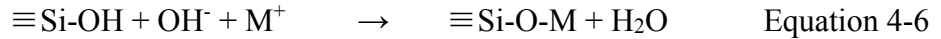


- ✓ Ensuite, l'attaque sur les ponts siloxane (Si-O-Si) situés plus profondément par des ions OH^- se déclenche :



Phase 2 : Formation du gel silico-alcalin

L'attaque des liaisons silanols et siloxanes augmente les charges négatives de la solution autour du point d'attaque. La présence des alcalins dans la solution permet d'équilibrer la charge de la solution et entraîne la précipitation d'un gel :



Avec :

M = K ou Na

Selon Prezzi et al. (1997) une suspension colloïdale se forme entre la silice dissoute et la solution interstitielle jusqu'à ce que la solution devienne suffisamment concentrée. Un processus de re-polymérisation se produit pour former un gel moins dense que la silice dissoute.

Le gel expansif se forme peu à peu dans les espaces offerts par les pores voisins accessibles jusqu'à les remplir. La précipitation du gel continue et son expansion crée des contraintes internes dans le matériau cimentaire engendrant sa dégradation.

Phase 3 : Incorporation des ions calcium

Les ions calcium de la solution interstitielle viennent substituer les ions alcalins du gel silico-alcalin formé pendant la phase précédente. Les alcalins libérés sont donc de nouveau disponibles pour réattaquer la silice.

Le rôle du calcium consiste à promouvoir le développement de la réaction alcali-silice. Ce rôle ne se manifeste qu'après le déclenchement de la réaction. Surtout que les ions calcium proviennent de la dissolution de portlandite du voisinage, et que celle-ci ne commence à se dissoudre qu'une fois le pH de la solution est baissé par la consommation des ions hydroxydes alcalin par la réaction alcali silice. Un autre rôle peut également être attribué au calcium dans les mécanismes de la réaction alcali-silice. En effet, l'incorporation des ions Ca^{2+} rend le gel silico-alcalin moins fluide, ce qui permet de le stabiliser et de l'empêcher de se dissoudre dans la solution interstitielle (Diamond 1997).

D'autres auteurs suggèrent que la réaction alcali-silice peut se produire n'importe où dans le réseau poreux en raison de la présence des réactifs dissouts dans la solution interstitielle.

La silice est mise en solution par l'attaque des alcalins. Elle rencontre dans la solution interstitielle les ions calcium et les ions alcalins. Pour des concentrations suffisantes des réactifs, la réaction alcali-silice se déclenche.

Les gels produits par la réaction alcali-silice sont gonflants. Plusieurs approches viennent justifier ce gonflement, Parmi les explications les plus approuvées est la suivante (Idir 2009) :

❖ Approche basée sur la théorie de la pression osmotique

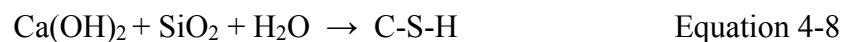
Selon cette approche les gels produits de la réaction alcali-silice absorbent jusqu'à plus de 50% de leurs poids pour une humidité relative de 80%. Cette fixation de l'eau dans le volume de gel formé déclenche un mécanisme de pression osmotique qui crée par la suite des expansions.

❖ Approche basée sur la théorie du gonflement des corps poreux

Le gel produit par la réaction alcali-silice est poreux. Il possède une surface spécifique importante. Selon la théorie du gonflement des corps poreux, le gel augmente de volume lorsqu'il est mis en contact avec la vapeur ou le liquide. Ce gonflement est produit par diminution de l'énergie libre de surface.

4.4.3 Réaction pouzzolanique

La réaction pouzzolanique se produit entre un matériau réactif riche en silice active appelé pouzzolane et l'hydroxyde de calcium en présence d'eau pour former un gel de type C-S-H ayant des propriétés liantes similaires à celles des produits d'hydratation du ciment portland.



La vitesse de la réaction dépend de la réactivité et la finesse du matériau pouzzolanique. D'autres éléments peuvent influencer la cinétique de la réaction, tels que la teneur en chaux, le rapport eau/liant du mélange et le pH de la solution interstitielle (Idir 2009).

4.4.4 Comportement du verre dans les matrices cimentaires

Des travaux de recherche ont été menés pour mieux comprendre les mécanismes qui contrôlent le comportement de la poudre de verre dans la matrice cimentaire : Réaction alcali granulant ou réaction pouzzolanique ?

Le verre dans la même matrice cimentaire peut avoir l'un ou l'autre des deux comportements. Tout dépend de la taille des particules de verres. Idir et al. (2011) ont pu déterminer des tailles critiques qui définissent l'apparition de l'une ou de l'autre des réactions. En effet, la réaction pouzzolanique apparaît en présence de particules de verre de l'ordre de 30 m^2/kg .

L'activité pouzzolanique de la poudre de verre est détectée et suivie par le moyen de différents indicateurs :

- La consommation de l'hydroxyde de calcium lors du durcissement du béton contenant de la poudre de verre. La variation de la quantité de la chaux dans le béton peut être observée par la diffraction des rayons X.
- Sa capacité de fixer l'hydroxyde de calcium, déterminée au moyen du test Chapelle.
- Développement de la résistance mécanique d'un mélange de poudre de verre et de chaux.
- Comparaison du développement des propriétés mécaniques des bétons ayant différents taux de remplacement de ciment par la poudre de verre.

Idir et al. (2011) ont comparé la capacité de fixation des hydroxydes de calcium d'une poudre de verre ayant une finesse de 540 m^2/kg à celles de la fumée de silice, des cendres volantes, et de la CalSiFrit (Figure 4-9).

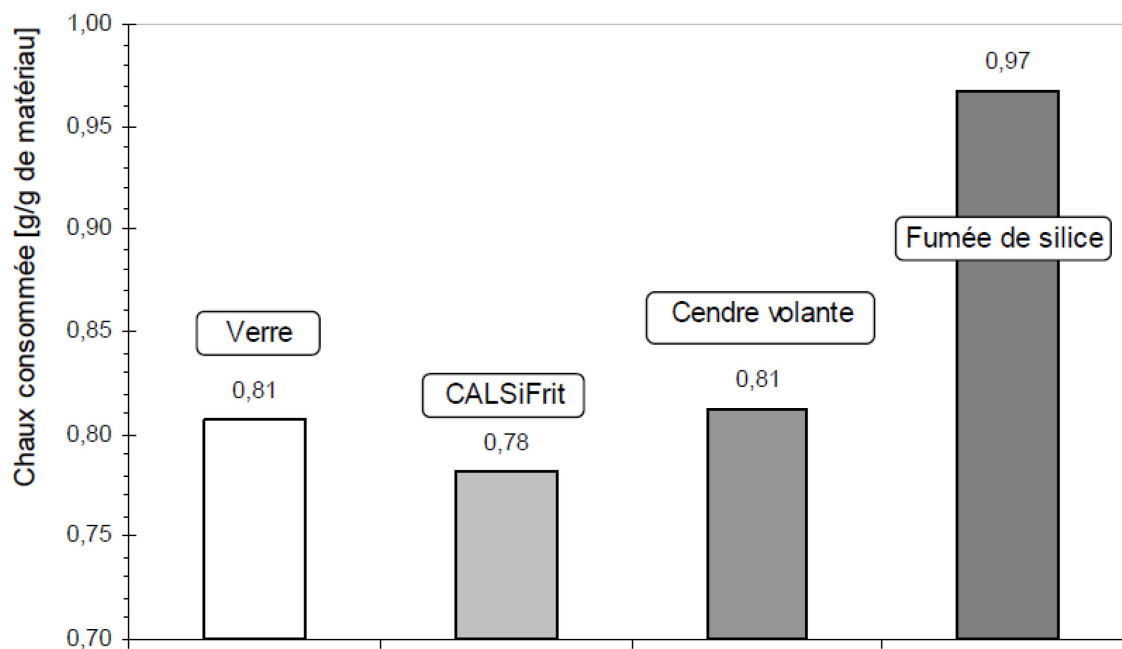


Figure 4-9. Quantités de chaux consommées par les différents matériaux [Idir, 2009].

La poudre de verre a consommé une quantité de chaux équivalente à celle de la cendre volante et supérieure à celle de la CalSiFrit. La consommation de la chaux par la poudre de verre augmente avec la finesse.

A ces indices de l'activité pouzzolanique, s'ajoutent des résultats d'analyse par diffraction des rayons X qui montrent que dans une pâte de poudre de verre et de chaux, la quantité de poudre de verre diminue avec le temps et la consommation de la chaux augmente avec apparition sur le diffractogramme de nouvelles bosses indiquant l'apparition de nouveaux hydrates. Des observations au MEB couplées à l'EDS ont permis de montrer l'aspect visuel de ces hydrates qui s'apparentent à des C-S-H pouzzolaniques, autant morphologiquement que dans leur composition (Figure 4-10).

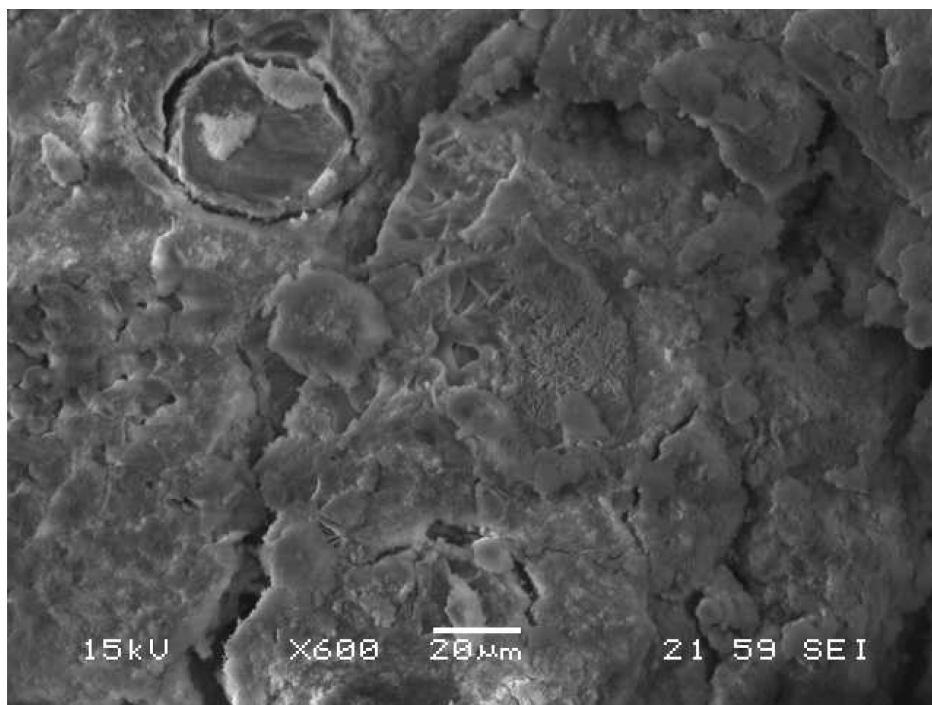


Figure 4-10. Morphologie des produits formes par la réaction d'une poudre de verre (finesse de 540 m²/kg) dans une solution de KOH et de Ca(OH)₂ (129 jours a 60°C) (Idir et al. 2011)

En conclusion, dans le milieu basique de la pâte de ciment les particules de verre peuvent présenter deux comportements différents :

- Le premier est de réagir avec les alcalis du milieu et produire des gels alcali-silice gonflants et nuisibles pour le béton. Ce comportement concerne les particules relativement grossières. Seuls les granulats de verre dont les particules sont de l'ordre de 1 mm et plus peuvent créer des gonflements dans la structure du béton.
- Le deuxième est de réagir avec la portlandite et de produire un gel ayant une morphologie similaire à celle des autres pouzzolanes. Ce gel a un ratio Ca/Si faible (< 1.4) comparé à celui du gel C-S-H produit de l'hydratation du ciment (≈ 1.7) et il est capable de piéger une quantité d'alcali plus importante comparé au C-S-H classique.

4.4.5 Origine du verre et préparation des différentes classes granulaires de l'étude

Au cours de cette étude, le verre utilisé est un verre mixte. Il provient des divers systèmes de collecte sélective au Québec. Le verre a été fourni, particulièrement débarrassé des impuretés

composées de plastique, de métal et de papiers, sous forme de sable dont la distribution des tailles des particules est représentée par la figure 54. Les particules ont des tailles comprises entre 80µm et 800 µm. La densité du sable est de 2.57 g/cm³.

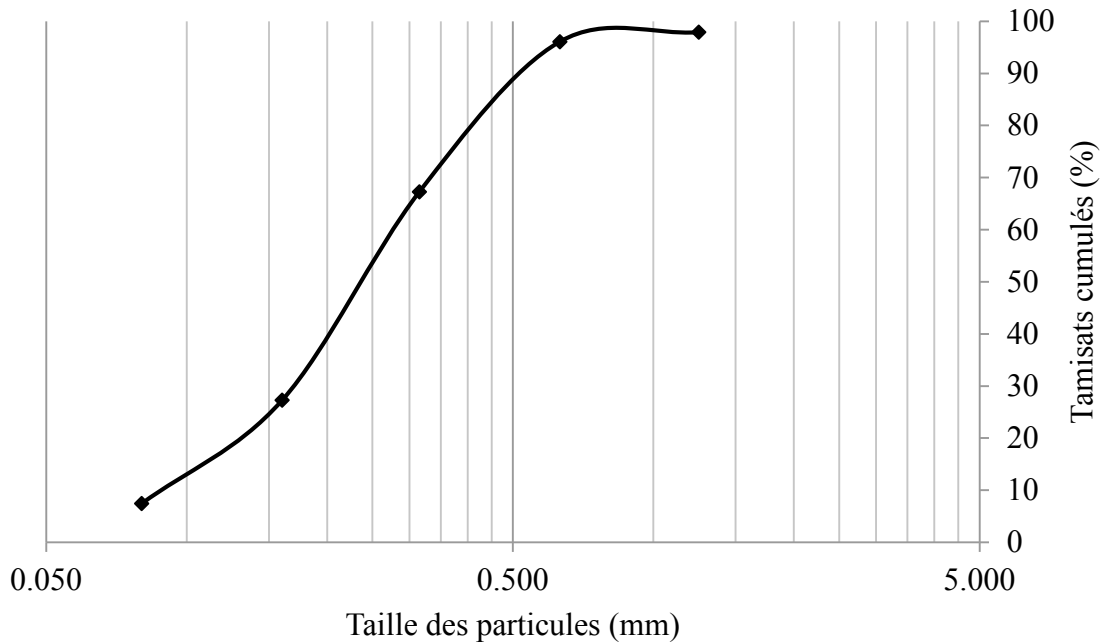


Figure 4-11. Distributions granulométriques du sable de verre utilisé.

Dans ce projet, il a été choisi de diviser le sable de verre en trois classes dans le but d'étudier un effet éventuel de taille sur l'autocicatrisation des fissures. Les trois classes sont obtenues en effectuant un tamisage par quatre tamis normalisés successifs : Le tamis 80 µm, le tamis 160 µm, le tamis 315 µm et le tamis 630 µm. Les trois classes de tamis sont décrits dans le Tableau4-8.

Tableau4-8. Classes de sables de verre utilisé

MGV 630	Les granulats passants par le tamis 630 et retenus par le tamis 315
MGV 315	Les granulats passants par le tamis 315 et retenus par le tamis 160
MGV 160	Les granulats passants par le tamis 160 et retenus par le tamis 80

La composition chimique du sable de verre a été déterminée par la spectrométrie de fluorescence X (Tableau 4-9). Ce verre est principalement composé de SiO_2 (près de 72%). Les teneurs en CaO et Na_2O confirment bien la nature sodo-calcique du verre. La perte au feu, mesurée à 1000°C est de 0,72%.

Tableau 4-9. Composition chimique du verre

Composant	% massique
SiO_2	72,5
Al_2O_3	1,71
Fe_2O_3	0,28
CaO	11,1
MgO	0,98
SO_3	0,09
Na_2O	13,2
K_2O	0,59
P_2O_5	0,01
Cr_2O_3	0,09
LOI	0,72

À côté des éléments dominants tels les oxydes formateurs (SiO_2 et Al_2O_3) et les fondants et stabilisants (K_2O , Na_2O , CaO , MgO), d'autres éléments composent ce verre. Leur présence peut s'expliquer par le fait que notre matériau est un verre mixte comportant plusieurs couleurs. En effet, différents oxydes métalliques peuvent être ajoutés combinés à différents pourcentages lors du processus de fabrication du verre pour le colorer.

4.5 Inclusions réactives granulées

4.5.1 Généralités sur la granulation

La granulation désigne tout procédé dans lequel des fines particules solides, dispersées dans un milieu gazeux ou liquide, sont assemblées pour former des particules de plus grosses tailles. Cet assemblage est rendu possible grâce aux forces de liaison interparticulaires que l'on doit créer et/ou intensifier lors de la granulation. Selon le procédé employé, la taille des granulés peut varier. De nombreux secteurs industriels font appel à cette technologie : traitement des minéraux, des détergents, des produits agroalimentaires, chimiques et pharmaceutiques.

Plusieurs méthodes d'accroissement de taille de particules existent. Elles peuvent être classées en trois catégories (Barkouti 2013; Bouillon - Camara 2005):

- **La granulation humide** : il s'agit d'une technique d'accroissement de taille par agitation et collision ; un liquide de mouillage est pulvérisé sur la poudre en mouvement afin de créer des liaisons entre les particules (granulateurs à tambours inclinés, à assiettes tournantes, lits fluidisés, mélangeurs à taux de cisaillement élevé, mélangeurs planétaires, sphéroniseurs...).
- **La granulation sèche** : il s'agit d'une technique par compactage et broyage par pressage. Les particules de poudre sèche sont rassemblées par action mécanique (presse à rouleaux).
- **Autres techniques d'accroissement de taille** : par atomisation, frittage ou extrusion...

Parmi ces méthodes, la granulation humide est celle qui est la plus répandue dans l'industrie minière et le traitement des déchets industriels destinés à l'utilisation dans l'industrie des matériaux de construction.

La qualité de formation des grains est fortement influencée par le mode d'ajout du liquide de mouillage, le mode d'agitation de la poudre et l'interaction entre la poudre et le liquide liant ; celle-ci dépend notamment de la réactivité de la poudre par rapport au liquide utilisé.

L'obtention de granulés ayant les caractéristiques désirées nécessite donc de maîtriser

l'influence conjuguée de la formulation (choix des poudres et des liquides) et des variables du procédé (choix du type de granulateur et des paramètres opératoires).

Parmi les arguments qui incitent à la granulation des poudres quel que soit le domaine impliqué il est possible de citer:

- ✓ Réduction de l'émission des poussières
- ✓ Réduction du volume de stockage grâce à l'augmentation de la densité du matériau traité
- ✓ Réduction de pertes de stockage et des risques de ségrégation
- ✓ Amélioration du maniement lors du transport et du rendement économique des procédés de production

En ce qui concerne l'industrie du béton et des ajouts cimentaires, la granulation des poudres est généralement utilisée pour obtenir de nouveaux produits ayant des critères chimiques et/ou mécaniques spécifiques. Il est possible de citer comme exemple la fabrication de granulats légers à partir de cendres volantes ou de poudre de verre.

Il existe plusieurs techniques de granulation humide actuellement utilisée (Barkouti 2013; Bouillon - Camara 2005; Saleh et Guigon 2009):

Granulation en lit fluidisé

La granulation des particules en lit fluidisé consiste en la mise en contact de trois phases : solide, liquide et gaz. C'est un procédé complexe qui rassemble des étapes simultanées telles que le mélange, la pulvérisation, le mouillage, le séchage.

Le principe de l'opération est relativement simple : les particules solides sont mises en suspension dans le lit par un courant d'air chaud et une solution contenant le liant est injectée au sein de celui-ci (Figure 4-12).

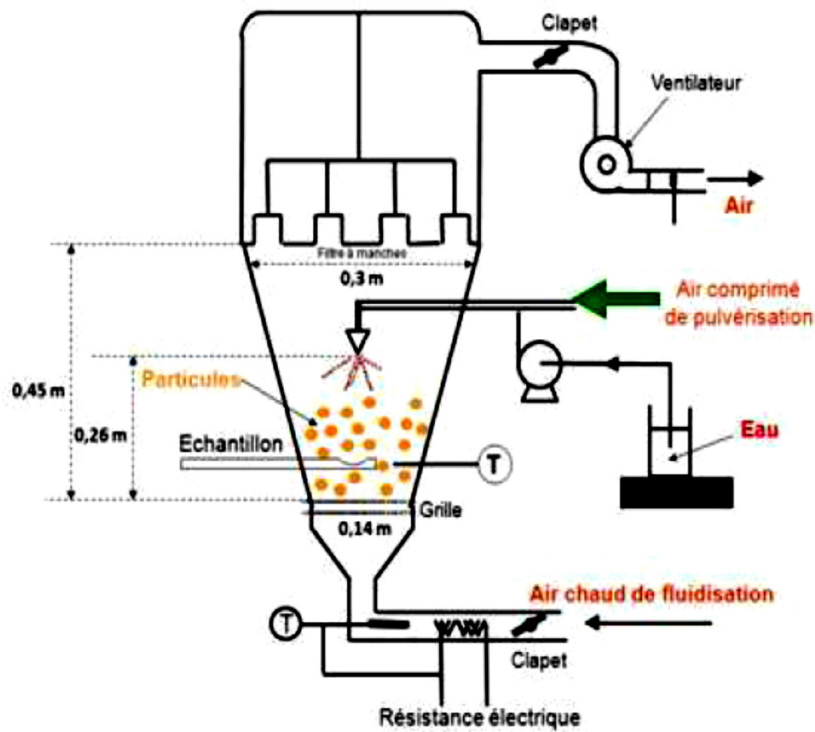


Figure 4-12. Procédé de granulation des particules en lit fluidisé (Barkouti 2013)

Mélangeur-granulateur à fort taux de cisaillement

Les granulateurs à fort taux de cisaillement utilisent une action mécanique pour assurer le mélange de la poudre par un effet de cisaillement (Figure 4-13 et Figure 4-14). Dans la majorité des cas, cette action est induite par le mouvement d'un mobile d'agitation composé d'un ensemble de pales rotatives à axe horizontal ou vertical. Dans certains cas, on utilise une plaque tournante à haute vitesse de révolution placée au fond de la cuve d'agitation. Outre un mélangeage efficace, le cisaillement permet de densifier les particules et de leur donner une forme sphérique. Comparée à la granulation en lit fluidisé, cette technique permet donc d'obtenir des granulés plus compacts et de forme plus régulière. La porosité des granulés peut être contrôlée dans une certaine mesure en faisant varier les forces de cisaillement, caractérisées par la vitesse au bout des pales. L'utilisation de ces procédés s'est significativement accrue au cours de ces dernières années et leur technicité a considérablement progressé.

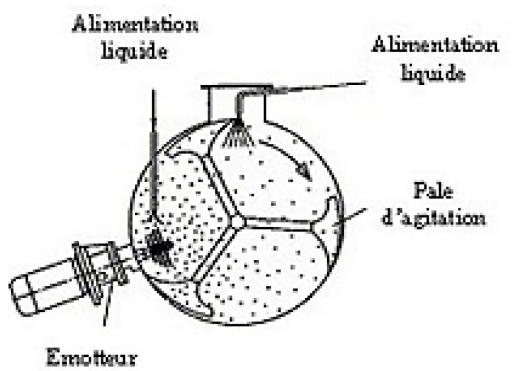


Figure 4-13. Mélangeur à fort taux de cisaillement horizontal (Bouillon - Camara 2005)

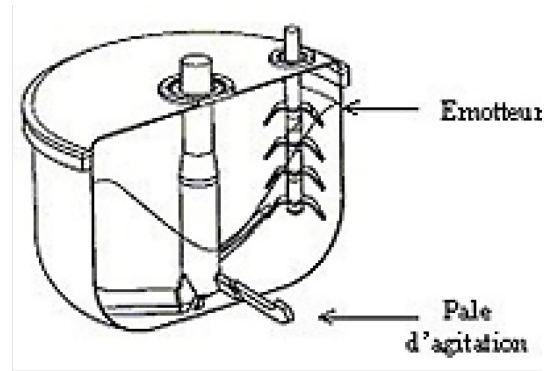


Figure 4-14. Mélangeur à fort taux de cisaillement vertical (Bouillon - Camara 2005)

Plateau tournant ou assiette granulatrice

L'assiette granulatrice permet, par sa rotation et son inclinaison, d'obtenir des granules ou des enrobés de produits pulvérulents. Les différents systèmes de réglage (variation de la vitesse de rotation, variation de l'inclinaison de la cuve, réglage du débit du liant liquide) augmentent considérablement la variété des tailles et formes des granulés obtenus.



Figure 4-15. Plateau tournant ou assiette granulatrice (Gupsos 2015)

Tambour rotatif

La granulation en tambour rotatif est une technique largement répandue dans le domaine des engrais et des minerais de fer. L'appareil, encore appelé tambour granulateur, est constitué d'une enveloppe cylindrique tournant sur des supports et inclinée de quelques degrés par rapport à l'horizontale. La longueur du tambour varie entre quatre à plus de dix fois son diamètre, qui, lui, peut atteindre jusqu'à 3 voire 4 m. Le produit à granuler est introduit à l'extrémité la plus élevée et progresse dans le tambour sous l'effet conjugué de rotation et d'inclinaison, pour être évacué à l'extrémité opposée

Description des différentes phases de l'agglomération

Le phénomène d'agglomération a initialement été décrit comme étant l'ensemble de différents mécanismes pouvant se produire pour aboutir à la formation des agglomérés de particules (Figure 4-16).

Dans cette description, la formation des agglomérés passe par une alternance de phénomènes de coalescence et de rupture dont le résultat dépend de la taille des agglomérats et de la disponibilité en liquide à leur surface. Cinq phases d'agglomération ont été décrites dans cette approche (Barkouti 2013) :

- (1) La nucléation qui résulte du rassemblement de particules élémentaires humides par attraction capillaire pour former des premières structures : les « nuclei ».
- (2) Le recouvrement en surface par effet boule de neige : les agglomérats déjà formés jouent le rôle d'amorces sur lesquelles sont collectées les particules élémentaires mouillées ou les nuclei. Ce mécanisme produit une augmentation continue de la taille des grains, une diminution du nombre de particules fines sans augmentation du nombre de grains.
- (3) La coalescence qui conduit à la formation de structures de taille importante.
- (4) Le transfert par abrasion lors d'un choc ou d'une collision sans aboutir à la cassure du grain.
- (5) Le transfert par fragmentation-enrobage au cours duquel il y a formation de fragments redistribués sur d'autres grains.

Cette description amène à considérer les conditions d'agitation de la poudre comme l'élément déterminant dans la constitution des grains. Selon les conditions d'agitation et de mélange, les grains devraient posséder des tailles et structures différentes. Toutefois, cette description s'est révélée insuffisante pour la maîtrise du procédé d'agglomération (Ennis et Litster, 1997) du fait du rôle insuffisant accordé au liquide et à sa distribution au sein du milieu granulaire, alors que ce sont les interactions physico-chimiques qui sont à l'origine de la formation des granulés (Saleh et Guigon, 2009).

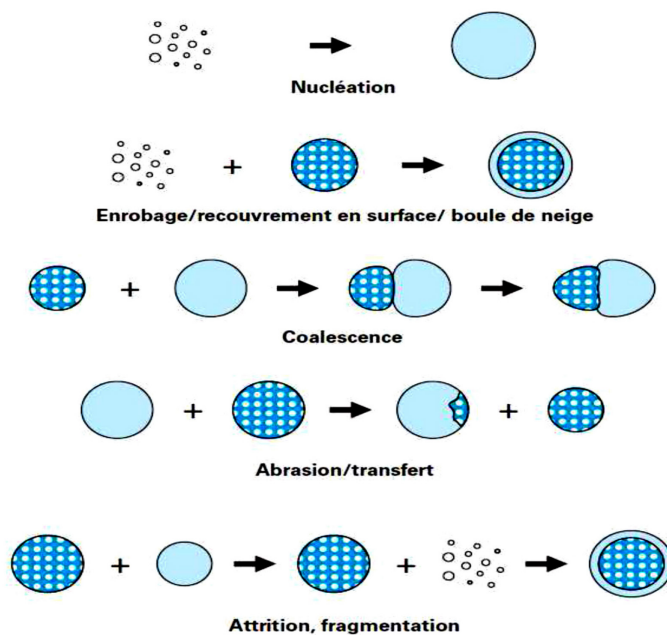


Figure 4-16. Le procédé d'agglomération (Barkouti 2013)

4.5.2 Granulation du ciment au laboratoire de génie civil de l'UDES

L'encapsulation des réactifs internes latents (résine, bactérie + nutriment...) est une technique qui a été proposée dans la littérature. Elle permet de conserver les réactifs et les protéger jusqu'à l'ouverture des fissures. La granulation humide du ciment seul ou avec d'autres ajouts est proposée dans ce projet comme une nouvelle technique pour créer des réserves de réactifs internes latents (ciment anhydre et portlandite).

L'objectif de cette technique était de fabriquer des petites billes de ciment (ou de ciment + agent d'expansion interne à base de chaux libre) dont la taille est de l'ordre de 1 mm à 2,5

mm. Le principe est d'humidifier une partie du ciment pour déclencher la réaction d'hydratation et former des hydrates qui vont servir de liant entre le reste des particules et créer des agglomérations de grains de ciment faiblement hydraté.

Matériel nécessaire fabrication des billes de ciment faiblement hydraté :

Le procédé de fabrication des billes de ciment dans le laboratoire de génie civil de l'Université de Sherbrooke est inspiré de la technique du granulateur à tambour rotatif. Le matériel utilisé est :

- Une bétonnière composée d'un tambour de malaxage en acier de forme conique à axe oblique. Les deux palettes de malaxage fixées sur la paroi intérieur de la cuvette ont été enlevées. La bétonnière tourne à l'aide d'un moteur électrique avec une seule vitesse (Figure 4-17)



Figure 4-17. Malaxeur utilisé pour la fabrication des billes de ciment



- Un flacon pulvérisateur manuel en plastique avec buse réglable qui permet de changer le régime de pulvérisation : concentré ou dispersé (Figure 4-18)
- Une surface horizontale pour sécher les billes de ciment
- Des feuilles en plastique suffisamment large pour couvrir les billes de ciment pendant le séchage.

Procédure de fabrication des billes de liant faiblement hydraté :

La procédure de fabrication des billes de ciment (ou de ciment + agent d'expansion à base de chaux libre) a été optimisée suite à plusieurs essais pour trouver la meilleure formule pour obtenir des billes ayant les caractéristiques suivantes :

- ✓ Un rapport eau/liant le plus faible possible : on doit ajouter suffisamment d'eau pour créer assez d'hydrate pour former les agglomérés de grains de liants, et pas trop pour laisser le plus possible de ciment anhydre.
- ✓ Une coque externe de la bille de ciment assez solide et assez étanche pour préserver l'aggloméré interne de grain de liant et les protéger lors du malaxage du mortier.
- ✓ Une taille finale des billes de ciment de l'ordre de 1 mm à 5 mm.

Les variables d'optimisation du procédé sont la quantité initiale de liant à mettre dans le malaxeur pour la transformer en billes, le mode d'ajout d'eau (régime de vaporisation et temps de vaporisation) et le temps de rotation du malaxeur pendant et après la formation des billes. Le procédé optimisé est composé de deux phases :

Phase 1 : Agglomération des particules de liant et formation des billes.

La quantité de liant à transformer en billes (entre 2 kg et 3 kg) est introduite dans le tambour sec du malaxeur. Après la mise en marche du malaxeur, on commence la pulvérisation de l'eau en direction de l'amas de liant au fond du tambour (Figure 4-19). Une quantité d'eau équivalente à $0,2 \times$ la quantité de liant est préalablement pesée et mise dans le pulvérisateur. Ceci permet de contrôler la quantité d'eau utilisée pour fabriquer les billes. La pulvérisation de l'eau continue jusqu'à l'épuisement de l'eau prépesée. Des agglomérés de liant de forme sphérique et de différentes tailles (généralement de 0 mm à 5 mm) commencent à se former (Figure 4-20). De temps en temps, il est nécessaire de racler la surface interne du tambour du malaxeur pour décoller le liant.



Figure 4-19. Procédé de fabrication des billes de liant faiblement hydraté



Figure 4-20. Formation de billes de liant dans le malaxeur

Une fois que l'eau dans le pulvérisateur est épuisée et que toute la quantité du liant s'est transformée en billes, il faut laisser le malaxeur tourner pendant 5 minutes pour laisser les billes durcir un peu et éviter le frittage et l'écrasement lors du vidange du malaxeur.

Phase 2 : Mûrissement des billes de liant :

Les billes de liant sont étalées sur une surface horizontale et soigneusement couvertes par une feuille de plastique pour éviter l'évaporation rapide de l'eau. Au bout de deux heures, on procède à la pulvérisation d'une petite quantité d'eau (20 g d'eau pour 2 kg de liant granulé) sur les billes étalées pour former une coque étanche de ciment hydraté à leurs surfaces. Cette opération est répétée une autre fois au bout de deux heures tout en remuant délicatement les billes pour exposer leurs faces inférieures. Après chaque pulvérisation, les billes sont soigneusement recouvertes par la feuille en plastique étanche pour éviter l'évaporation de l'eau.

Après 24 heures, le film en plastique est enlevé pour laisser les billes sécher à l'air libre. Elles sont ensuite ramassées dans une chaudière en attendant de procéder au tamisage pour les séparer en classes de tailles.

Séparation des billes de liant faiblement hydraté en classes de tailles :

Une fois que les billes durcies, on procède au tamisage pour les séparer en différentes classes de taille. Le tamisage est effectué manuellement à l'aide des tamis normalisés de dimension 630 μm , 1,25 mm, 2,5 mm.

4.5.3 Billes de liant utilisées dans les mortiers étudiés

Les billes de liants choisies pour étudier l'effet de ce type d'inclusions sur le potentiel d'autocicatrisation des mortiers sont deux types : Des billes de ciment (CB) : Composées de ciment portland de type GU (le même ciment utilisé pour faire les mortiers); Des billes de ciment avec agent d'expansion interne à base de CaO libre (CEAB) : Composées du même ciment que les précédentes, auquel on ajoute 10% de l'agent d'expansion interne à base de CaO libre (EA). Pour chaque catégorie de billes deux classes de tailles sont considérées. Pour augmenter l'efficacité de ces inclusions tout en restant compatibles avec la structure du mortier, seuls les billes dont la taille est comprise entre 630 μm et 2,5 mm sont utilisés et elles sont classées en deux types (Figure 4-21) :

- Classe 1.25 : Billes passant par le tamis 1,25 mm et retenus par le tamis 630 μm .
- Classe 2.5 : Billes passant par le tamis 2,5 mm et retenus par le tamis 1,25 mm.

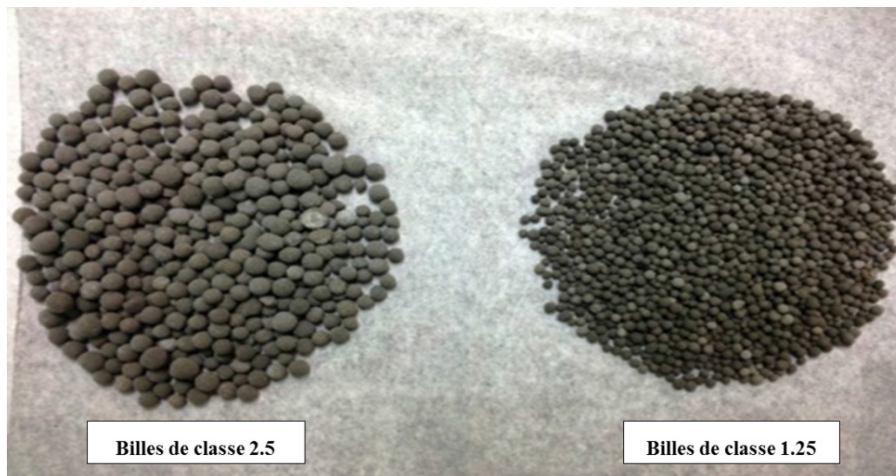


Figure 4-21. Classes des billes de liant utilisées pour l'étude du potentiel d'autocicatrisation

Au total quatre types de billes sont utilisés. Leurs caractéristiques sont détaillées dans Tableau4-10.

Tableau4-10. Caractéristiques des billes utilisées dans le projet

Nom des billes	Composition	Taille
CB1.25	100 % Ciment	Sup. à 630 μ m
		Inf. à 1,25 mm
CB2.5	100% Ciment	Sup. à 1,25 μ m
		Inf. à 2,5 mm
CEAB1.25	90% Ciment + 10 % Agent expansif	Sup. à 630 μ m
		Inf. à 1,25 mm
CEAB2.5	90% Ciment + 10 % Agent expansif	Sup. à 1,25 μ m
		Inf. à 2,5 mm

CHAPITRE 5

RÉSULTATS DE LA PHASE I : ÉTUDE DE L'AUTOCICATRISATION NATURELLE ET DES PARAMÈTRES D'INFLUENCE

Les résultats du premier programme expérimental sont divisés en deux parties principales :

- Résultats des essais d'autocicatrisation sur les anneaux de mortiers : ces essais englobent les tests de perméabilité à l'air sur les fissures en cour d'autocicatrisation et les observations des fissures cicatrisées au microscope électronique à balayage.
- Résultats des essais de caractérisation des mortiers qui ont pour objectifs de déterminer leur teneur en ciment anhydre et en portlandite.

5.1 Résultats des essais d'autocicatrisation : Évolution des ouvertures apparentes des fissures avec le temps d'autocicatrisation

Au total ce premier programme expérimental porte sur dix anneaux de mortier fissuré. Deux éprouvettes du mortier témoin (Control) sont fissurées à l'âge de 28 jours. Quatre sont fabriqués à partir du mortier M485. Pour chaque échéance (3 et 7 jours), deux échantillons sont fissurés. Les quatre autres éprouvettes sont fabriquées à partir du mortier M350. Deux sont fissurés à l'âge de trois jours, les deux autres sont fissurés à l'âge de 7 jours. Les ouvertures initiales des fissures varient de 166 μm à 243 μm . Le Tableau 5-1 présente les mesures des débits d'air dans les fissures à différents termes d'autocicatrisation ainsi que leurs ouvertures apparentes entre 0 et 12 mois.

La dernière colonne du tableau montre l'épaisseur apparente finale de produits d'autocicatrisation obtenue au bout de 12 mois (E_a). L'épaisseur des produits de cicatrisation est définie comme étant la différence entre l'ouverture apparente initiale et l'ouverture apparente finale des fissures cicatrisées :

$$E_a = Wa(t = 0 \text{ mois}) - Wa(t = 12 \text{ mois}) \quad \text{Equation 5-1}$$

Tableau5-1. Résultats des essais de mesure de débit d'air et des ouvertures apparentes calculées des fissures.

Échantillon	Mesure optique de l'ouverture, W _o (μm)	Débit d'air (L/min)					Ouverture apparente W _a (μm)					E _a (μm)
		Temps de cicatrisation (mois)					Temps de cicatrisation (mois)					
		0	1	3	6	12	0	1	3	6	12	
Control-1	193	9,80	7,00	4,22	1,72	-	191	153	117	72	-	119
Control-2	216	14,1	11,0	6,37	4,35	4,36	230	194	145	118	118	111
M485- 3j (1)	166	6,52	3,61	2,34	0,94	0,71	162	116	94	61	53	109
M485- 3j (2)	225	13,30	9,99	6,22	2,23	1,95	220	193	152	92	86	134
M485- 7j (1)	220	12,90	8,97	5,27	4,54	4,21	220	182	140	130	125	164
M485- 7j (2)	196	10,70	6,68	2,64	0,83	0,81	202	158	100	57	56	77
M350- 3j (1)	194	9,54	6,21	3,89	1,49	1,02	189	152	121	76	63	126
M350- 3j (2)	241	12,6	10,4	5,70	2,85	2,30	217	197	146	104	93	124
M350- 7j (1)	187	8,67	3,48	2,83	1,05	0,81	180	114	103	64	56	124
M350- 7j (2)	243	14,8	9,33	6,54	4,54	4,61	236	186	156	130	131	105

5.1.1 Cinétiques d'autocicatrisation naturelle du mortier témoin (Control)

La Figure 5-1 présente la cinétique d'autocicatrisation naturelle du mortier témoin (Control) fissuré à l'âge de 28 jours. Les fissures de ce mortier ont des ouvertures apparentes initiales de 191 µm et 230 µm. Après six mois d'autocicatrisation, une diminution des ouvertures de 119 µm et 111 µm, respectivement, est observée. Pour des raisons techniques, le suivi de l'autocicatrisation est arrêté à 6 mois pour la fissure dont l'ouverture apparente initiale est de 191 µm. L'ouverture apparente de l'autre fissure est restée stable entre 6 et 12 mois.

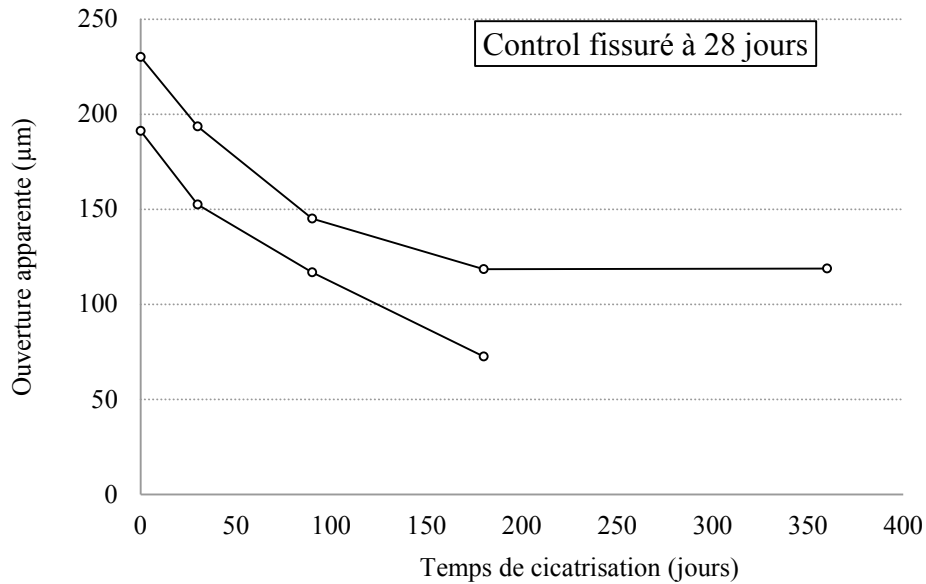


Figure 5-1. Evolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier Control fissuré à 28 jours

5.1.2 Cinétiques d'autocicatrisation des mortiers M350 et M485

La Figure 5-3 et la Figure 5-1 montrent l'évolution dans le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers M485 et M350 pour les différents âges de fissuration (3, 7 et 28 jours). La première observation est que, indépendamment rapport E / C et de l'âge de fissuration, les ouvertures des fissures diminuent au cours des six premiers mois après la fissuration dans des conditions de conservation choisies dans cette étude (100% d'humidité relative, 23 ° C). Au-delà de six mois, les ouvertures des fissures se stabilisent jusqu'à la fin de la période de l'étude (12 mois).

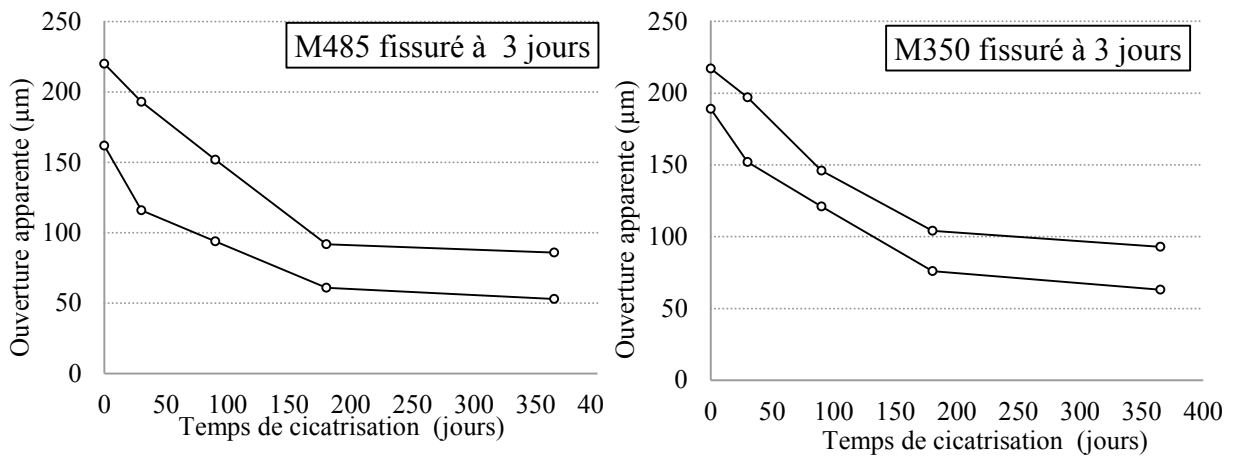


Figure 5-2. Evolution, avec le temps, des ouvertures apparentes des fissures des mortiers M485 (a) et M350 (b) fissurés à trois jours

Les fissures des éprouvettes du mortier M485 fissuré à trois jours ont des ouvertures initiales de 162 μm et 220 μm . Après six mois de conservation dans la chambre humide, les ouvertures apparentes des fissures diminuent respectivement de 101 μm et 128 μm . Pour le même âge de fissuration, les fissures du mortier M350, ayant des ouvertures initiales de 189 μm et 217 μm , diminuent toutes les deux de 113 μm après les six premiers mois de cicatrisation.

Entre 6 et 12 mois, les fissures du mortier M485 diminuent en moyenne de seulement 7 μm . Pour la même période les fissures du mortier M350 diminuent de 12 μm .

Globalement, les résultats montrent que les mortiers M350 et M485 fissurés à l'âge de 3 jours ont des cinétiques de cicatrisation sensiblement similaires. La différence est légère le premier mois.

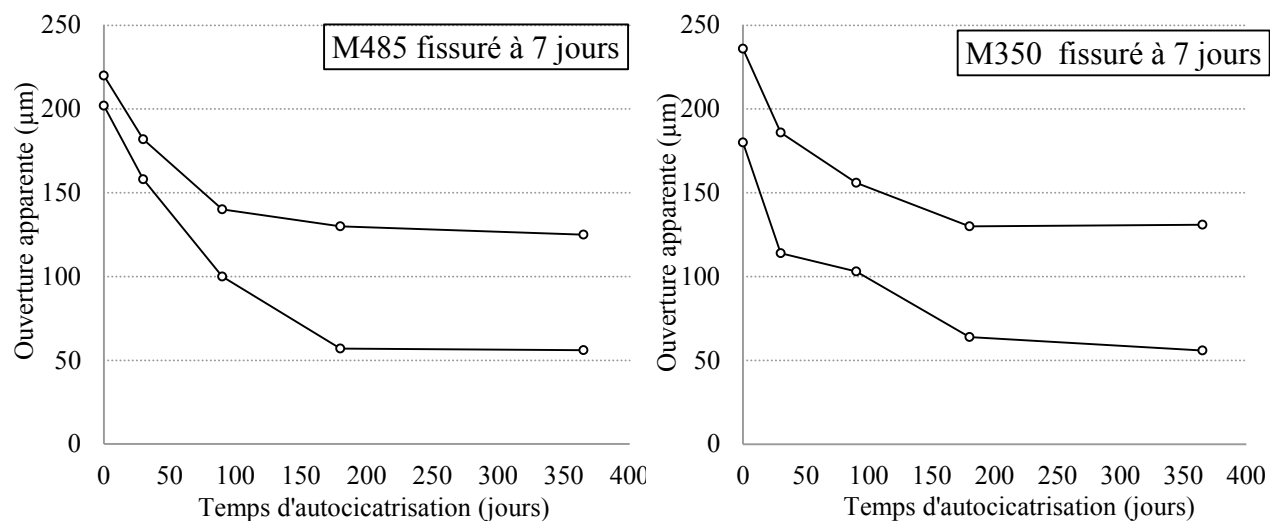


Figure 5-3. Evolution dans le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers M485 (a) et (b) M350 fissurés à sept jours

Les fissures des éprouvettes du mortier M485 fissurées à 7 jours ont des ouvertures apparentes initiales de 202 μm et 220 μm . Après les 6 premiers mois de cicatrisation, les ouvertures apparentes des fissures diminuent de 163 μm et 72 μm , respectivement. Le mortier M350 fissuré à 7 jours a montré une diminution de l'ouverture apparente de 116 μm pour la fissure ayant une ouverture initiale de 180 μm et de 106 μm pour la fissure dont l'ouverture initiale est de 236 μm .

Les deux graphiques de la Figure 5-3 montrent que la cinétique de l'autocicatrisation au-delà des six premiers mois est très lente pour les deux mortiers.

Globalement, les courbes de variation, en fonction du temps de cicatrisation, des ouvertures apparentes des fissures des mortiers M485 et M350 montrent une similitude dans la cinétique d'autocicatrisation, quel que soit l'âge de fissuration. Les épaisseurs finales moyennes des produits de cicatrisation formés dans les fissures des mortiers M485 et M350 après 12 mois de conservation dans la chambre humide ont également des valeurs proches pour tous les âges de fissuration. En moyenne, l'épaisseur des produits de cicatrisation formés à 12 mois est de l'ordre de 120 μm (Figure 5-4).

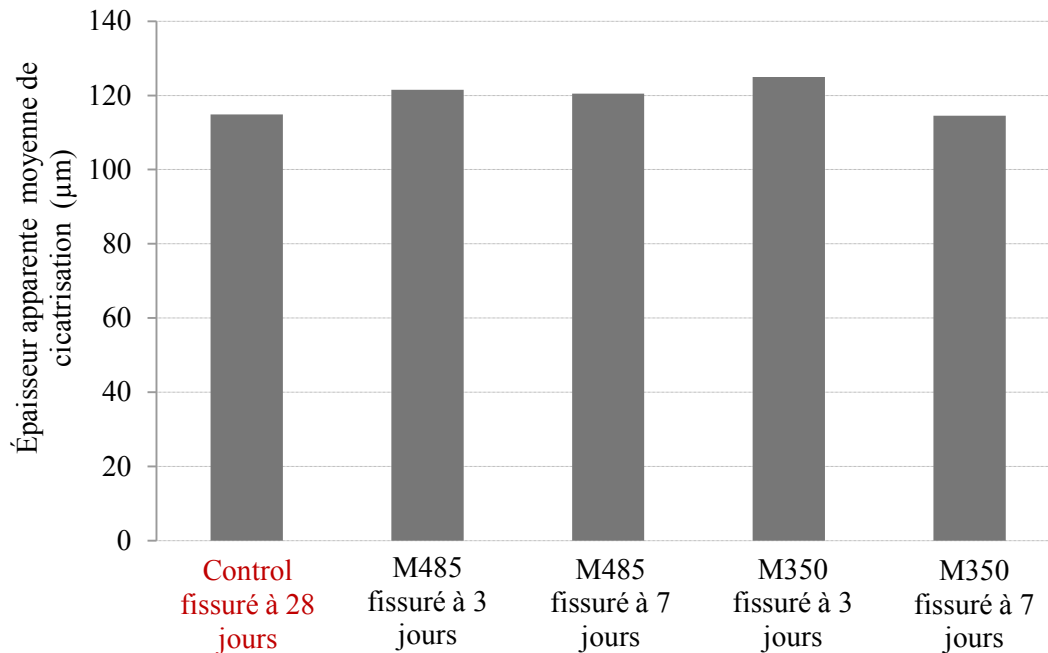


Figure 5-4. Épaisseurs apparentes moyennes des produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers de la phase I après 12 mois d'autocicatrisation

5.1.3 Microscopie des produits de cicatrisation

L'observation au microscope électronique à balayage a révélé une microstructure des produits de cicatrisation similaire pour toutes les fissures cicatrisées des mortiers Control, M485 et M350.

Les surfaces internes de toutes les fissures sont colonisées par des cristaux de carbonate de calcium comme le montrent les photos de la Figure 5-5. Toutefois, les cristaux de carbonate de calcium sont plus abondants et mieux développés en allant du centre vers les extrémités des plans des fissures. Ceci peut être expliqué par une meilleure disponibilité des ions carbonate dissous dans l'eau dans la fissure à proximité des extrémités des parois.

L'analyse EDS confirme la nature des cristaux formés sur les plans des fissures cicatrisées. En effet, les graphiques associés aux photos de la Figure 5-5 montrent que les spectres d'analyse des cristaux présentent des pics importants de calcium.

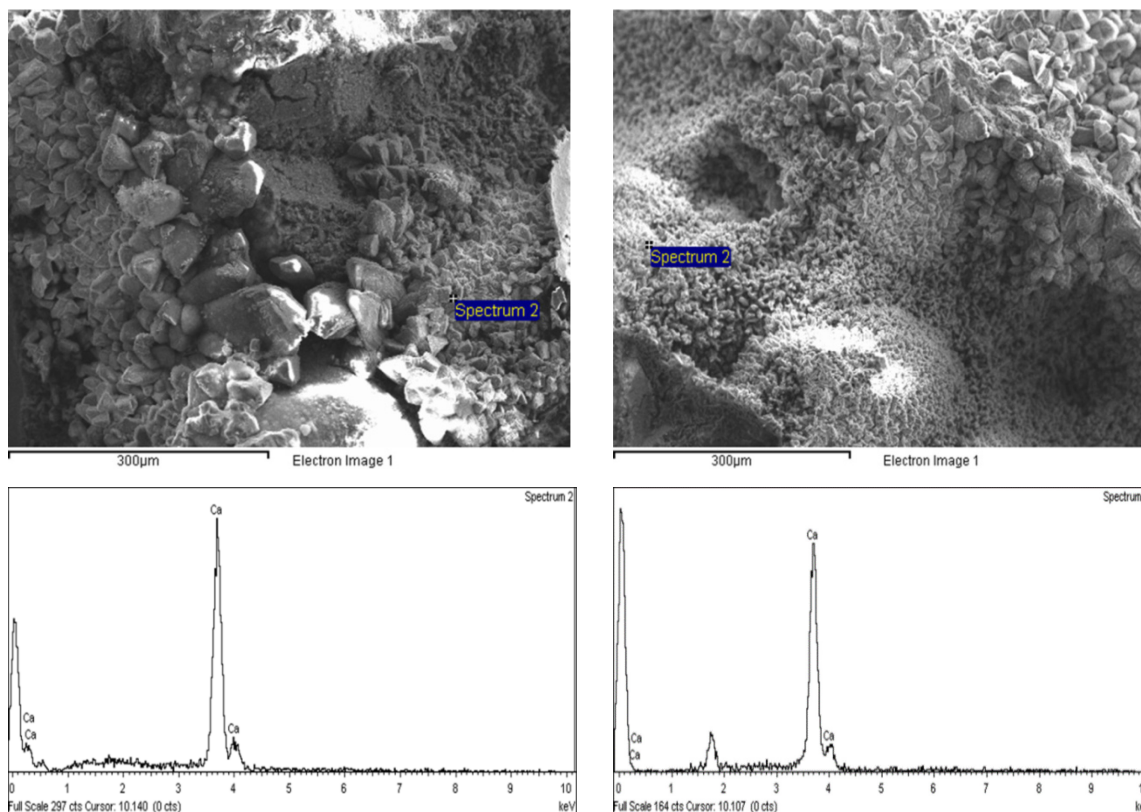


Figure 5-5. Couches de cristaux de carbonates de calcium observés au microscope électronique à balayage sur les surfaces des fissures cicatrisées des mortiers Control, M485 et M350.

En allant des périphéries vers le centre des plans des fissures, des aiguilles d'ettringite ($Ca_6Al_2(SO_4)_3(OH)_{12}26H_2O$) commencent à apparaître (Figure 5-6). Elles sont plus abondantes vers les cœurs des plans des fissures. Les photos de la Figure 5-6 montrent des exemples de l'ettringite observée au MEB sur les plans des fissures cicatrisées des mortiers Control, M350 et M485.

Les spectres d'analyse EDS des aiguilles associés aux photos présentées par la Figure 5-6 confirment leur nature. En effet les spectres montrent trois pics qui correspondent au calcium, soufre et aluminium.

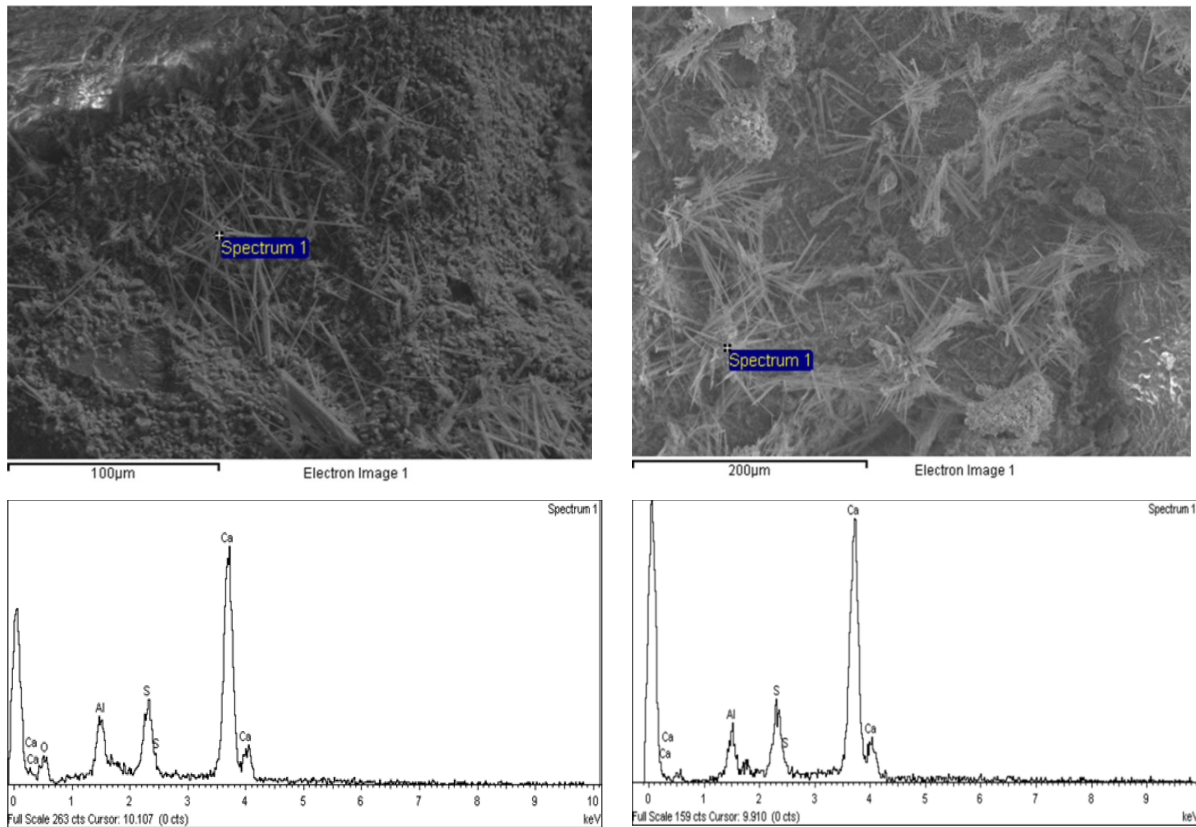


Figure 5-6. Aiguilles d'ettringite observées au microscope électronique à balayage sur les surfaces des fissures cicatrisées des mortiers Control, M485 et M350

5.2 Résultats des essais de caractérisation thermique des mortiers : teneur en ciment anhydre et en portlandite

Les essais de caractérisation thermique (analyses thermogravimétriques) ont permis de déterminer la teneur en ciment anhydre et en portlandite de chaque mortier au moment de la fissuration. En effet, ces deux composantes fournissent les réactifs nécessaires pour les deux mécanismes principaux d'autocicatrisation à savoir l'hydratation différée du ciment (ciment anhydre) et la carbonatation (ions calcium libérés par la dissolution de la portlandite). La disponibilité de ces deux composantes dans la matrice cimentaire au moment de la fissuration peut expliquer le potentiel d'autocicatrisation par l'un ou l'autre des deux mécanismes d'autocicatrisation.

Ce paragraphe présente les résultats des mesures de la quantité d'eau liée chimiquement qui permettent de déduire les taux d'hydratation du ciment dans les mortiers ainsi que les résultats des mesures des teneurs en portlandite.

La quantité d'eau liée chimiquement aux hydrates a été déterminée à partir de la différence de masse des échantillons de mortier finement broyé soumis à un échauffement du 110°C à 1000°C. L'échauffement permet d'évaporer l'eau chimiquement liée. La préparation des éprouvettes et la procédure de traitement thermique ont été présentées au paragraphe 3.4.4.

Le Tableau 5-2 présente le pourcentage de ciment hydraté dans chaque mortier étudié à 3, 7 et 28 jours d'hydratation ainsi que les teneurs en ciment anhydre et en portlandite. La teneur initiale en ciment dans le mortier M350 est de 244 mg / g_{mortier}. À l'âge de trois jours, le mortier contient encore 115 mg de ciment anhydre par gramme de mortier. Entre 3 et 7 jours, 17 mg de ciment s'est hydraté laissant 98 mg / g_{mortier} de ciment anhydre. À 28 jours, la quantité restante de ciment anhydre est de 79 mg / g_{mortier}.

Le mortier M485 contient initialement 236 mg de ciment par gramme de mortier. Après trois jours, 122 mg / g_{mortier} de ciment reste anhydre. Entre 3 et 28 jours l'hydratation du ciment est plus rapide dans le mortier M485 que dans le mortier M350. En effet, à sept jours, il reste 82 mg / g_{mortier} et à 28 jours, seulement 42g / g_{mortier} de ciment est encore anhydre.

Tableau 5-2. Résultats des essais de caractérisation thermique des mortiers M485 et M350 à 3, 7 et 28 jours d'hydratation

Mortier	Teneur initiale en ciment C_I (mg/g_{mortier})	Age (jours)	% ciment hydraté	Teneur en ciment anhydre $C_A(t)$ (mg/g_{mortier})	Teneur en Portlandite $P(t)$ (mg/g_{mortier})
M350	244	3	53	115	34
		7	60	98	36
		28	68	77	39
M485	236	3	49	120	32
		7	66	80	38
		28	83	40	44

Pour les deux mortiers, la teneur en ciment anhydre ($C_A(t)$) est la plus élevée à l'âge de 3 jours. Elle diminue progressivement avec le temps de murissement des éprouvettes de mortier dans la chambre humide. En effet, le ciment s'hydrate avec le temps de conservation, diminuant ainsi la disponibilité des particules de ciment anhydre dans la matrice cimentaire.

La variation de la teneur en portlandite n'est pas très importante entre 3 et 28 jours pour les deux mortiers, M485 et M350. En effet à trois jours, le mortier M350 contient 34 mg de portlandite par g_{mortier} . À 28 jours, il contient 39 mg/g_{mortier} . L'augmentation de la teneur en portlandite est légèrement plus importante entre 3 et 28 jours pour le mortier M485. Elle passe de 32 mg/g_{mortier} à 3 jours à 44 mg/g_{mortier} à 28 jours.

5.3 Discussion des résultats du premier programme expérimental : Étude de l'effet de la teneur en ciment anhydre et en portlandite sur la cicatrisation naturelle des mortiers fissurés

L'approche expérimentale adoptée dans cette étude pour étudier l'autocicatrisation des mortiers fissurés permet d'écarter deux mécanismes d'autocicatrisation définis dans la littérature. Le premier est la fermeture mécanique des fissures par l'expansion de la matrice de ciment sous l'effet de l'absorption d'humidité. En effet, le système de fissuration des anneaux de mortier utilisé dans cette étude (cœur expansif) est maintenu en place pendant toute la période d'autocicatrisation. Il exerce une force qui s'oppose aux contraintes provoquées par le gonflement du mortier et empêche rapprochement mécanique des parois de la fissure. L'autre mécanisme d'autocicatrisation exclu est la précipitation et colmatage des fissures par des particules et de la poussière introduites de l'extérieur par le flux d'eau dans les fissures. En effet, les échantillons sont conservés dans une chambre humide fermée et sont sur des étagères en grille d'acier à l'abri de tout écoulement d'eau.

Seuls deux des mécanismes d'autocicatrisation sont donc isolés et suivis dans cette étude. Il s'agit de l'hydratation différée du ciment ainsi que la précipitation de carbonate de calcium dans la fissure.

La variation du rapport E / C et de l'âge de fissuration a permis de produire des mortiers ayant différentes teneurs en ciment anhydre au moment de la fissuration. En effet, le mortier M485, fissuré à 3 jours, a encore une réserve de 120 mg de ciment anhydre par gramme de mortier. Soit, 40 mg/g_{mortier} de plus que le même mortier fissuré à 7 jours et encore 80 mg/g_{mortier} plus que le même mortier fissuré à 28 jours. Pour le mortier M350, sa réserve en ciment anhydre, s'il est fissuré à l'âge de 3 jours est de 115 mg/g_{mortier} . Elle diminue de 17 mg/g_{mortier} si le mortier à 7 jours et de 38 mg/g_{mortier} dans le cas où il est fissuré à 28 jours.

La teneur en portlandite est globalement similaire pour les deux mortiers et ne varie que très peu entre 3 et 28 jours comme le montre la Figure 5-7. Entre 3 à 28 jours, elle n'augmente que de 5 mg/g_{mortier} pour le mortier M350 et de 12 mg/g_{mortier} pour le mortier M485.

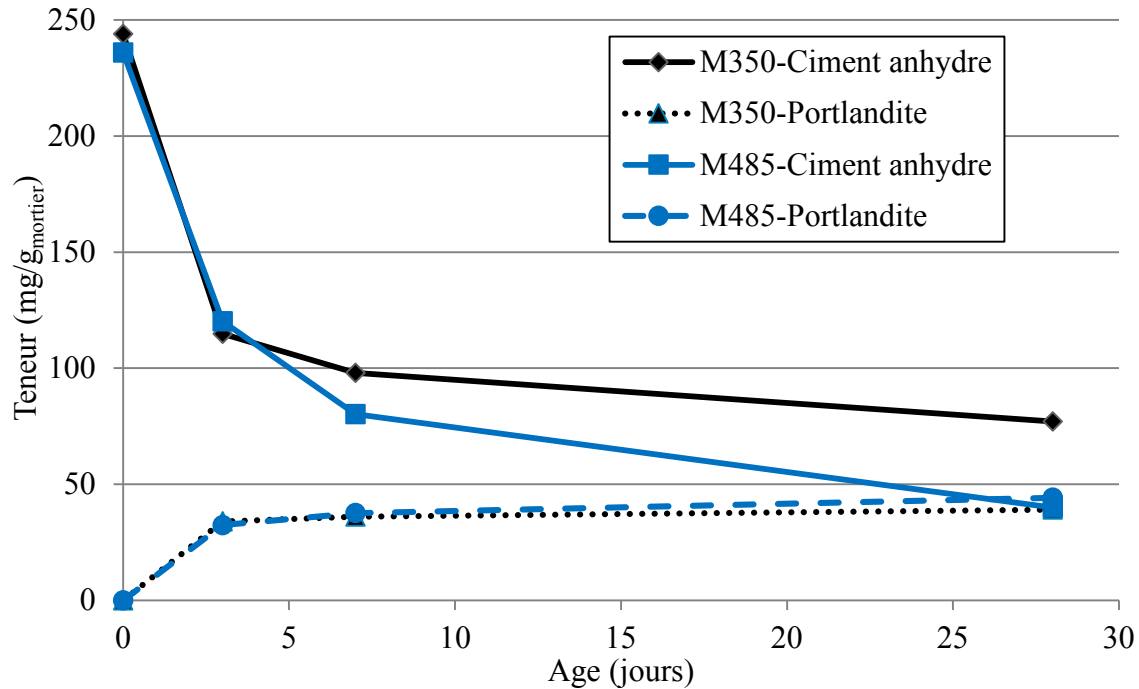


Figure 5-7. Évolution avec le temps de la teneur en ciment anhydre et en portlandite des mortiers M485 et M350.

La Figure 5-8 montre la cinétique de formation des produits de cicatrisation dans les fissures des deux mortiers M350 et M485 pour les différents âges de fissuration. Chaque groupe de barres présente l'épaisseur moyenne de produits formés dans la fissure pour chaque période de mesure de perméabilité à l'air : 0-1 mois, 1-3 mois, 3-6 mois et 6-12 mois. La dernière barre de chaque groupe indique l'épaisseur moyenne totale de cicatrisation après 12 mois de conservation. Les aspects communs entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation sont :

- La formation de produits de cicatrisation est toujours la plus rapide le premier mois. En effet, de 23 % à 50 % des produits formés à un an sont formés dès le premier mois (Tableau5-3).

Tableau5-3. Épaisseurs moyennes de produits formés le premier mois de cicatrisation

	Épaisseur de cicatrisation moyenne après le premier mois (µm)	Épaisseur de cicatrisation moyenne totale après 12 mois (µm)	Pourcentage de produits formés le premier mois (%)
M485 fissuré à 3 jours	37	122	30
M485 fissuré à 7 jours	41	121	34
Control fissuré à 28 jours	37	115	33
M350 fissuré à 3 jours	29	125	23
M350 fissuré à 7 jours	58	115	50

- Les produits de cicatrisation continuent à se former entre 1 et 6 mois avec un rythme moins soutenu. La cinétique d'augmentation de l'épaisseur moyenne de cicatrisation est différente pour chaque mortier et pour chaque âge de fissuration. Elle ne semble pas influencée par l'âge de fissuration ou par le rapport eau/ciment.

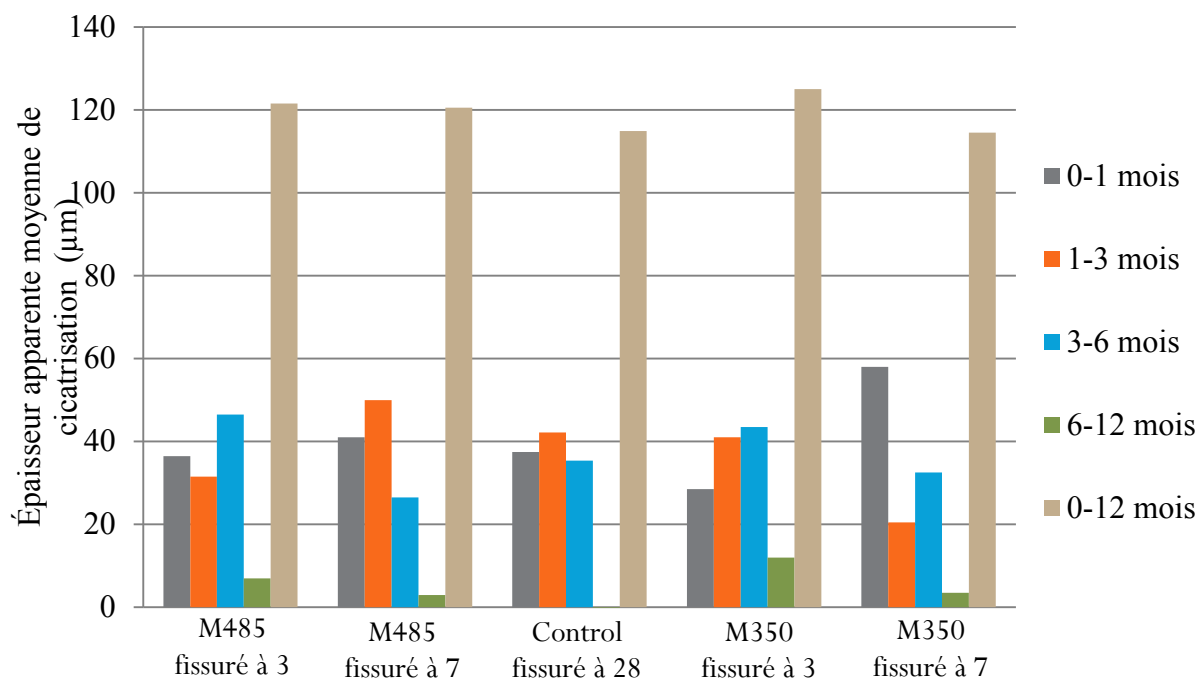


Figure 5-8. Cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures du mortier M485 fissuré à 3, 7 et 28 jours et du mortier M350 fissuré à 3 et 7 jours.

- L'épaisseur moyenne des produits de cicatrisation qui se forment pendant la dernière période d'autocicatrisation (entre 6 et 12 mois) est faible pour les deux mortiers M485 et M350 quel que soit l'âge de fissuration. Elle est de l'ordre de 0 à 12 µm.

- L'épaisseur moyenne finale des produits de cicatrisation formés après 12 mois de conservation dans la chambre humide est similaire pour les deux mortiers et pour les différents âges de fissuration. Les épaisseurs moyennes finales sont toutes de l'ordre de 115 μm à 125 μm .

Le potentiel d'autocicatrisation des mortiers est constitué de deux composantes possibles : 1- Le ciment anhydre qui, en s'hydratant, peut former de nouveaux hydrates dans les fissures diminuant ainsi leurs ouvertures. 2- La portlandite qui alimente la réaction de carbonatation en ions calcium et active ainsi la formation des cristaux de carbonates de calcium dans les fissures. La Figure 5-9 et la Figure 5-10 montrent la relation entre ces deux composantes du potentiel d'autocicatrisation et l'épaisseur moyenne de cicatrisation. Les mortiers M350 et M485 fissurés à des âges variés ont montré des potentiels d'autocicatrisation similaires. La Figure 5-9 montre l'épaisseur moyenne de cicatrisation obtenue après les 12 mois de conservation dans la chambre humide en fonction de la teneur en ciment anhydre au moment de la fissuration. On constate que malgré la différence de la teneur en ciment anhydre au moment de la fissuration l'épaisseur moyenne des produits de cicatrisation est approximativement la même pour tous les mortiers.

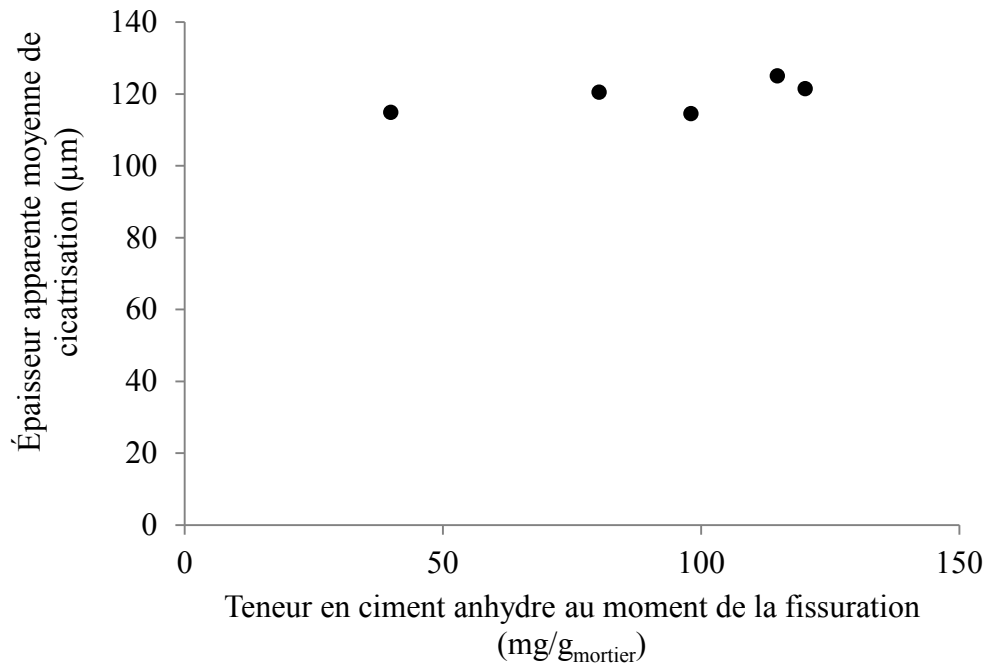


Figure 5-9. Épaisseur moyenne de cicatrisation en fonction de la teneur en ciment anhydre au moment de la fissuration

La teneur en portlandite, en revanche, ne varie pas beaucoup d'un mortier et d'un âge de fissuration à l'autre. La carbonatation est donc le mécanisme principal d'autocicatrisation des mortiers étudiés. Ceci confirme les observations de la microstructure des produits de cicatrisation qui a révélé la forte présence de cristaux de carbonate de calcium dans les fissures cicatrisées. Ces résultats suggèrent que des mortiers ayant des teneurs en portlandite similaires présenteront des potentiels d'autocicatrisation équivalents, quel que soit la teneur en ciment anhydre.

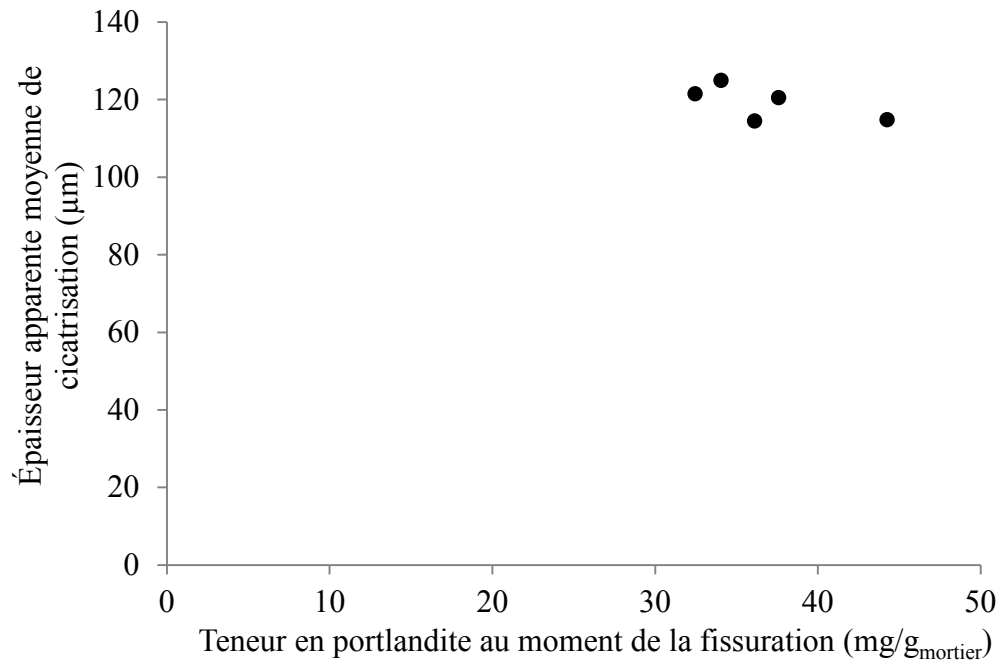


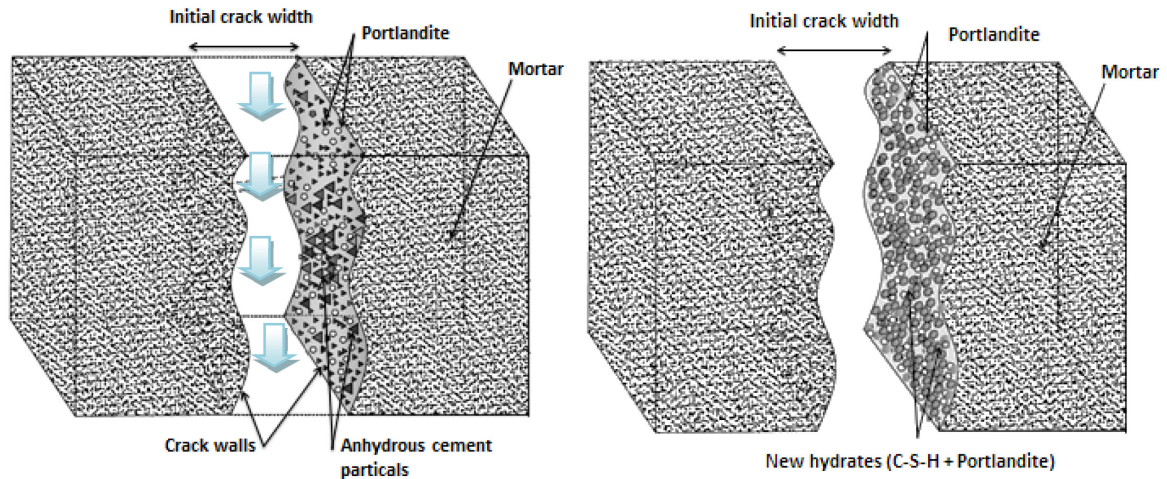
Figure 5-10. Épaisseur moyenne de cicatrisation en fonction de la teneur en portlandite au moment de la fissuration

Il est possible de définir trois phases de l'autocicatrisation naturelle des mortiers étudiés selon le mécanisme en action et les réactifs disponibles (Figure 5-11). La première phase commence lorsque le mortier fissuré est mis en contact avec de l'eau. L'humidité de la matrice cimentaire des parois de la fissure, ainsi que celle du mortier avoisinant augmente radicalement. L'hydratation du ciment est alors activée. Les particules de ciment anhydres sur les parois réagissent formant des micro volumes de nouveaux hydrates (C-S-H et portlandite). La quantité des micro-volumes de nouveaux hydrates dépend de la disponibilité de particules de ciment anhydres sur les parois des fissures.

L'hydratation différée des particules de ciment anhydres ne semble pas avoir beaucoup d'impact sur l'ouverture des fissures à court ou à long terme. Les particules de ciment sur les parois des fissures s'hydratent, mais les micro-volumes d'hydrates formés n'ont pas un grand potentiel de cicatrisation. En effet, le gel C-S-H est local et non expansif.

L'humidité diffuse aussi à partir de la fissure dans la matrice de ciment du mortier près de la fissure ce qui implique localement une augmentation du rapport E / C et une accélération de l'hydratation du ciment.

- a) Fissure fraîche placée en contact avec de l'humidité
- b) Phase I d'autocicatrisation: Hydratation de particules de ciment anhydre sur les parois de la fissure.



- c) Phase II d'autocicatrisation: Précipitation de carbonate de calcium alimentée par des ions calcium provenant de la paroi de la fissure.
- d) Phase III d'autocicatrisation: Précipitation de carbonate de calcium alimentée par des ions calcium provenant de la matrice cimentaire avoisinante.

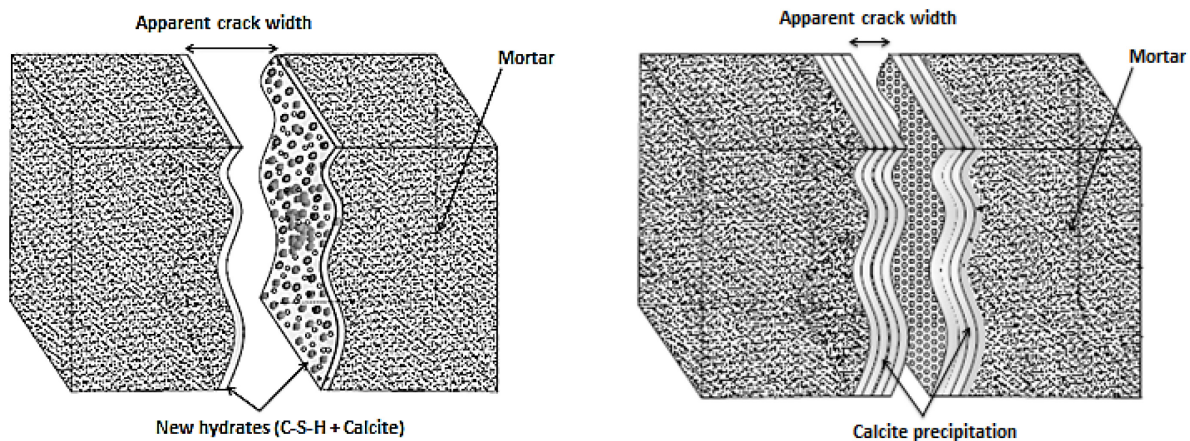


Figure 5-11. Phases de l'autocicatrisation naturelle

La deuxième phase d'autocicatrisation commence au moment où les cristaux de calcite ont commencé à précipiter sur les parois de la fissure. Comme l'explique Edvardson (1999), au cours de cette phase, la réaction de carbonatation est alimentée par des ions calcium fournis par la portlandite de la surface des parois de la fissure (de la portlandite formée par l'hydratation du ciment pendant le durcissement du mortier avant la fissuration et la portlandite formée après la fissuration au cours de la phase I d'autocicatrisation). La formation de calcite est très active pendant cette phase jusqu'à l'épuisement de la réserve ions

calcium des surfaces de la fissure. L'importance de la quantité de calcite formée au cours de cette phase dépend de la réserve des parois de la fissure en ions calcium.

La troisième phase de l'autocicatrisation commence quand la réserve des ions calcium dans les parois de la fissure est épuisée (Edvardsen 1999). La formation de cristaux de calcite dans la fissure continue, mais elle est plus modérée que la phase précédente. La réaction de carbonatation est alimentée au cours de cette phase, par des ions calcium libérés par la matrice cimentaire entourant la fissure. Le débit de la diffusion des ions calcium dans la fissure dépend de la teneur en Portlandite de la matrice cimentaire et de sa perméabilité à la diffusion des ions calcium.

Les variations des ouvertures apparentes des fissures des mortiers M350 et M485 montrent des tendances similaires pour les différents âges de fissuration. Ceci peut être expliqué par le fait que la fissuration expose la zone d'action d'autocicatrisation (parois des fissures matrice cimentaire avoisinante) à un excès d'humidité qui augmente considérablement le rapport Eau / Ciment local.

5.4 Conclusions des résultats du premier programme expérimental : Étude de l'effet de la teneur en ciment anhydre et en portlandite sur la cicatrisation naturelle des mortiers fissurés

L'autocicatrisation naturelle des matrices cimentaires des mortiers étudiés passe par trois phases:

- Phase I d'autocicatrisation naturelle: Hydratation des particules de ciment anhydres sur les parois des fissures. Cette phase se produit pendant les premières heures d'autocicatrisation et n'a pas beaucoup d'impact sur l'ouverture apparente de la fissure.
- Phase II d'autocicatrisation naturelle: La précipitation du carbonate de calcium alimentée par des ions calcium fournis par les surfaces des parois de la fissure. Il s'agit de la phase où la formation de produits de cicatrisation est la plus active.
- Phase III d'autocicatrisation naturelle: La précipitation du carbonate de calcium est alimentée par les ions calcium fournis par la matrice cimentaire avoisinante.

La teneur en ciment anhydre de la matrice cimentaire au moment de la fissuration n'a pas d'influence sur le potentiel d'autocicatrisation des mortiers.

L'ouverture de la fissure et l'exposition à l'humidité peuvent augmenter le rapport Eau/Ciment local de la matrice de ciment dans les environs de la fissure, quel que soit le rapport Eau/Ciment initial du mortier. Cela donne aux mortiers le même potentiel d'autocicatrisation. Ce qui annule tout effet du rapport Eau/Ciment (dans une plage ordinaire du rapport Eau/Ciment) ou de l'âge de fissuration.

CHAPITRE 6

RÉSULTATS DE LA PHASE II : ÉTUDE DE L'EFFET DE LA TENEUR EN PORTLANDITE SUR LA CICATRISATION NATURELLE DES MORTIERS FISSURÉS

L'objectif de cette phase est tout d'abord d'étudier l'effet d'un apport supplémentaire en chaux libre sur la teneur en portlandite dans les mortiers. Ensuite, l'étude porte sur l'effet d'une augmentation de la teneur en portlandite sur le potentiel de cicatrisation des mortiers. Des ajouts ayant différentes teneurs en chaux libre sont introduits dans des mortiers pour répondre à ces objectifs. Les résultats sont répartis en deux parties :

- Résultats des essais d'autocicatrisation sur les anneaux de mortiers. Ces essais englobent les tests de perméabilité à l'air sur les fissures en cour d'autocicatrisation et les observations des fissures cicatrisées au microscope électronique à balayage.
- Résultats des essais de caractérisation des mortiers qui ont pour objectifs de déterminer leur teneur en portlandite.

6.1 Résultats des essais d'autocicatrisation : Évolution des ouvertures apparentes des fissures avec le temps d'autocicatrisation

Quatre formulations de mortiers ont fait l'objet de cette partie du programme expérimental :

- 10EA : Ce mortier a la même formulation que le mortier témoin avec remplacement de 10% du ciment par l'agent expansif.
- 10KFA9 : Dans ce mortier, 10 % de ciment est remplacé par les cendres volantes de biomasse KFA9, contenant 9% de CaO libre.
- 10KFA17 : Dans ce mortier, 10 % de ciment est remplacé, dans la formulation témoin, par les cendres volantes de biomasse KFA17, contenant 17% de CaO libre.

- 30KFA17 : Dans ce mortier, 30 % de ciment est remplacé, dans la formulation témoin, par les cendres volantes de biomasse KFA17 contenant 17% de CaO libre.

Deux à trois échantillons annulaires ont été fabriqués à partir de chaque mortier, pour étudier la capacité d'autocicatrisation des fissures.

Les échantillons ont été fissurés à l'âge de 28 jours. Les ouvertures initiales des fissures varient de 144 μm à 277 μm . Le Tableau 6-1 présente l'ensemble des résultats obtenus à partir des essais de débit d'air. Le Tableau 6-1 présente également les ouvertures initiales des fissures mesurées géométriquement et les ouvertures apparentes des fissures calculées à partir des mesures de débit d'air pour les différentes échéances de suivi de l'autocicatrisation. La dernière colonne présente l'épaisseur des produits de cicatrisation formés après 12 mois de conservation dans la chambre humide.

Tableau 6-1. Résultats des essais de mesure de débit d'air et des ouvertures apparentes calculées des fissures des mortiers du deuxième programme expérimental.

Échantillon	Mesure optique de l'ouverture, W _o (μm)	Débit d'air (L/min)					Ouverture apparente W _a (μm)					E _a (μm)
		Temps de cicatrisation (mois)					Temps de cicatrisation (mois)					
		0	1	3	6	12	0	1	3	6	12	
Control-1	193	9,80	7,00	4,22	1,72	-	191	153	117	72	-	118
Control-2	216	14,1	11,0	6,37	4,35	4,36	230	194	145	118	118	111
10EA-1	277	22,5	13,3	11,7	0,92	0,92	293	214	200	170	51	242
10EA-2	159	7,08	3,67	1,50	1,36	0,07	162	117	76	62	21	141
10EA-3	227	12,8	8,08	5,65	3,81	0,14	219	173	135	109	26	193
10KFA9-1	215	11,8	9,83	8,16	6,19	-	210	182	165	143	-	68
10KFA9-2	159	7,8	5,12	5,74	5,11	5,11	150	137	129	109	109	52
10KFA17-1	227	11,1	7,75	5,91	5,42	3,03	204	170	148	142	107	97
10KFA17-2	144	5,65	1,75	0,88	0,44	0,18	145	82	59	43	29	116
30KFA17-1	197	8,87	3,67	1,80	0,19	0,01	182	117	82	29	11	171
30KFA17-2	154	4,3	1,87	0,87	0,39	0,01	127	84	58	40	11	116

6.1.1 Cinétique d'autocicatrisation des mortiers

6.1.1.1 Cinétique d'autocicatrisation du mortier 10EA

La Figure 6-1 présente l'évolution des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10EA conservé 12 mois dans une chambre humide. Les courbes en pointillé présentent l'évolution des ouvertures apparentes des fissures du mortier témoin.

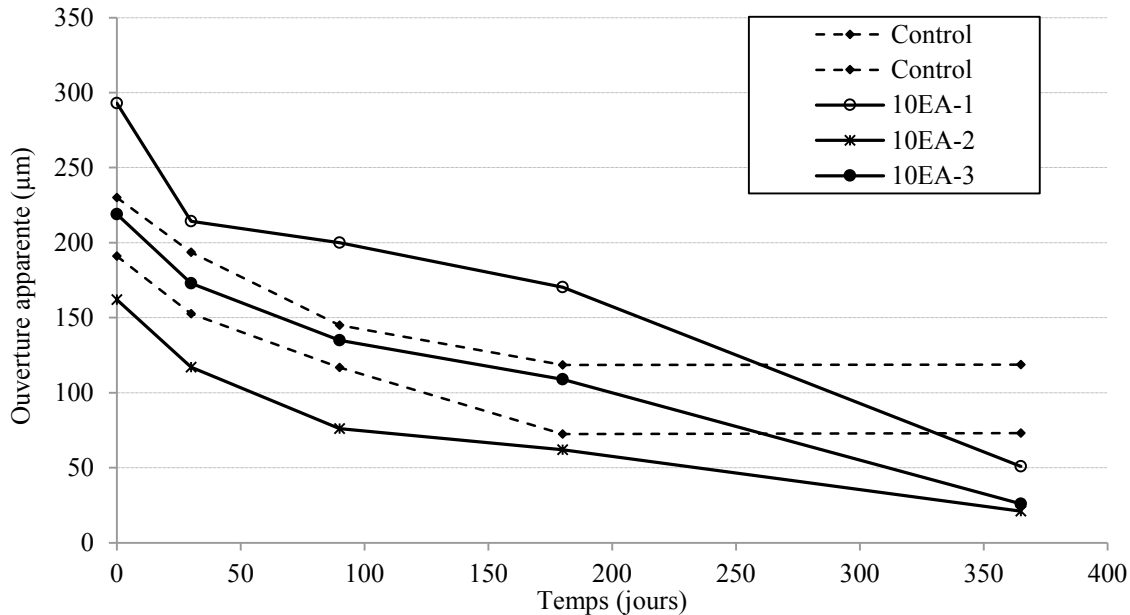


Figure 6-1. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10EA fissuré à 28 jours.

Trois fissures du mortier 10EA ont été étudiées. La première fissure a une ouverture apparente initiale de 293 μm . Elle montre une cicatrisation rapide le premier mois de conservation dans la chambre humide après la fissuration. Son ouverture apparente diminue de 79 μm pendant cette première période, ce qui présente 32% de la diminution totale de l'ouverture apparente après 12 mois d'autocicatrisation. Entre 1 et 6 mois la diminution devient beaucoup plus lente avec une cinétique comparable à celle des fissures des échantillons témoins. En revanche, entre 6 et 12 mois, la cicatrisation de la fissure s'active et l'ouverture apparente diminue de 119 μm pendant cette période. Ce comportement diffère de celui des fissures du mortier témoin (Control) dont les ouvertures des fissures se stabilisent après les 6 premiers mois d'autocicatrisation et ne diminuent plus. L'ouverture apparente finale de cette fissure après 12 mois de conservation est de 51 μm . Les deux autres fissures

ont des ouvertures apparentes initiales de 219 μm et 162 μm . La cicatrisation de ces deux fissures est moins rapide que la première pendant le premier mois. La diminution est de 46 μm et 45 μm respectivement. Entre 1 et 6 mois, les deux fissures montrent une cinétique d'autocicatrisation comparable à celle du mortier témoin. Au-delà de 6 mois l'autocicatrisation des deux fissures se poursuit. Les ouvertures apparentes finales, après les 12 mois de conservation dans la chambre humide, des deux fissures sont de 26 μm et 21 μm respectivement.

Globalement, le mortier 10EA a montré un fort potentiel d'autocicatrisation. Le taux de cicatrisation est de 83% à 88% pour des fissures ayant des ouvertures initiales de 162 μm à 293 μm . Ces taux de cicatrisation sont nettement plus importants que ceux du mortier témoin (Tableau 6-2).

Tableau 6-2. Taux de cicatrisation du mortier 10EA

Échantillon	10EA-1	10EA-2	10EA-3	Control-1	Control-2
Ouverture apparente initiale (μm)	293	162	219	191	230
Ouverture apparente finale (μm)	51	21	26	73	119
Taux de cicatrisation (%)	83	87	88	62	48

6.1.1.2 Cinétique d'autocicatrisation du mortier 10KFA9

Le remplacement de 10% de ciment par cendre volante de biomasse locale KFA9, ayant une teneur en chaux libre de 9% ne semble pas avoir un effet positif sur le potentiel d'autocicatrisation du mortier. La Figure 6-2 montre l'évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10KFA9. Deux fissures sont étudiées. La première fissure a une ouverture apparente initiale de 210 μm . La deuxième fissure est plus fine, son ouverture apparente initiale est de 150 μm .

La fissure la plus large présente une cinétique d'autocicatrisation plus importante que celle de la fissure la plus fine. À la fin du premier mois de conservation, la grosse fissure diminue de 28 μm et la petite fissure diminue de 13 μm . Après 6 mois, les fissures diminuent de seulement 67 μm et 41 μm , respectivement. Pour des raisons techniques, l'essai d'autocicatrisation a été arrêté à 6 mois pour la fissure large. L'échantillon avec la fissure fine a été conservé dans la chambre humide jusqu'à 12 mois. L'ouverture apparente de la fissure ne présente aucun changement pendant cette période.

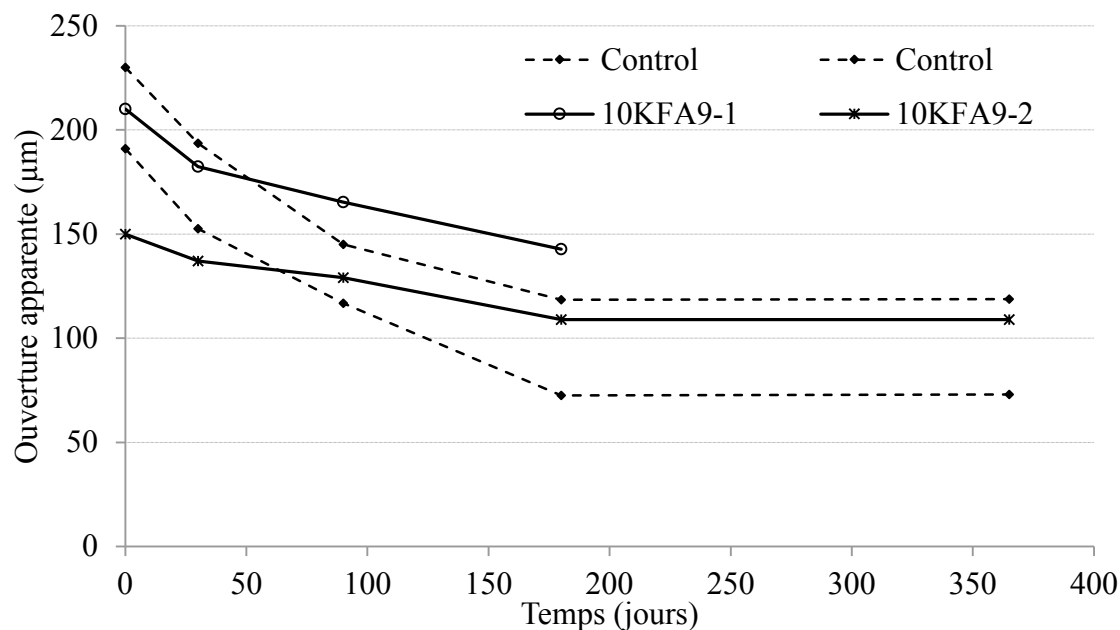


Figure 6-2. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10KFA9 fissuré à 28 jours

Les fissures du mortier 10KFA9 présentent des taux de cicatrisation faibles comparés au mortier témoin. Le Tableau 6-3 présente les taux de cicatrisation des fissures du mortier 10KFA9 et du mortier témoin. Il est possible de constater que les fissures du mortier 10KFA9 montrent des taux de cicatrisation d'environ 50% inférieurs à ceux des fissures du mortier témoin.

Tableau 6-3. Taux de cicatrisation du mortier 10KFA9

Échantillon	10KFA9-1	10KFA9-2	Control-1	Control-2
Ouverture apparente initiale (μm)	210	150	191	230
Ouverture apparente finale (μm)	143	109	73	119
Taux de cicatrisation (%)	32	27	62	48

6.1.1.3 Cinétique d'autocicatrisation du mortier 10KFA17

La Figure 6-3 présente la cinétique d'autocicatrisation des fissures du mortier 10KFA17. Après 6 mois de conservation dans la chambre humide. L'ouverture apparente des deux fissures étudiées (ouvertures apparentes initiales de 204 μm et 145 μm) diminuent de 62 μm et 102 μm , respectivement. Cette diminution correspond à des taux de cicatrisation respectifs de 30% et 70%. Contrairement aux fissures du mortier témoin, les ouvertures apparentes des fissures du mortier 10KFA17 continuent à diminuer au-delà des 6 premiers mois de conservation. Entre 6 et 12 mois, la diminution est plus importante pour la grosse fissure (35 μm) que pour la petite fissure (14 μm). Au total, après les 12 mois d'autocicatrisation, les taux de cicatrisation respectifs sont de 43% et 81%.

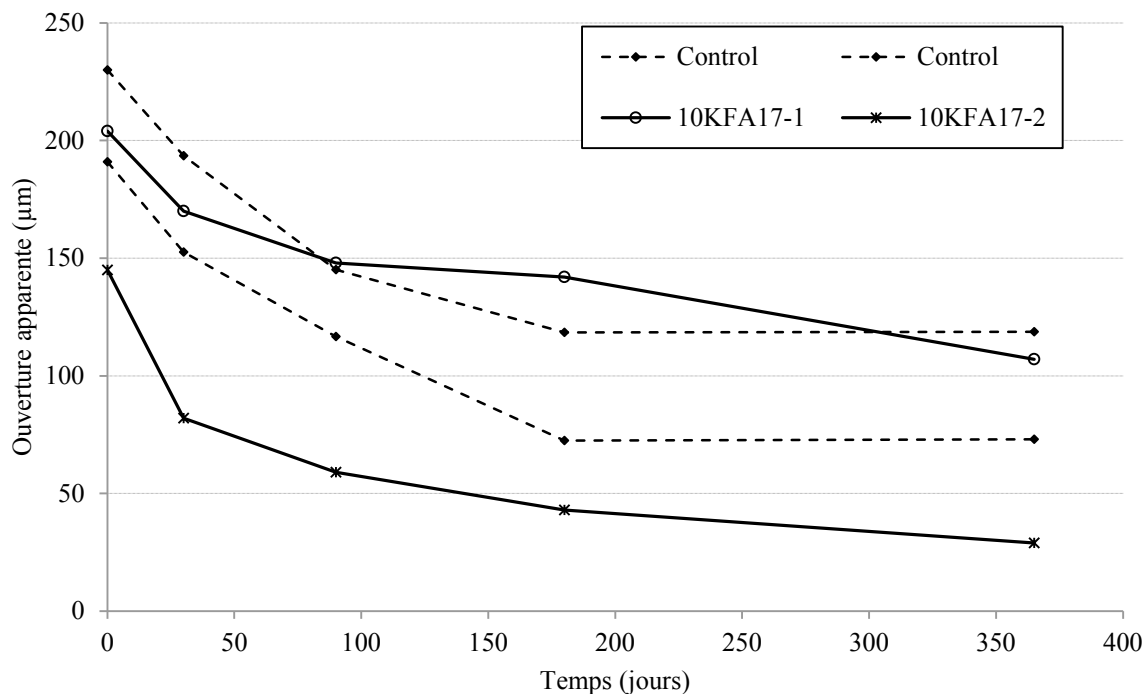


Figure 6-3. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10KFA17 fissuré à 28 jours

Le Tableau 6-4 montre que, pour la même largeur de fissure (environ 200 μm) le mortier 10KFA17 présente un taux de cicatrisation inférieur à celui du mortier témoin.

Tableau 6-4. Taux de cicatrisation du mortier 10KFA17

Échantillon	10KFA17-1	10KFA17-2	Control-1	Control-2
Ouverture apparente initiale (μm)	204	145	191	230
Ouverture apparente finale (μm)	107	29	73	119
Taux de cicatrisation (%)	48	80	62	48

6.1.1.4 Cinétique d'autocicatrisation du mortier 30KFA17

La Figure 6-4 présente l'évolution des ouvertures apparentes de deux fissures du mortier 30KFA17 fissuré à 28 jours. Le mortier présente une cinétique accélérée de cicatrisation pour la petite et la grosse fissure. La grosse fissure a une ouverture apparente initiale de 182 μm . Celle de la petite fissure est de 127 μm . Après les 6 premiers mois de conservation dans la chambre humide, les ouvertures apparentes diminuent, respectivement, de 153 μm et 87 μm . Entre 6 et 12 mois, la cicatrisation des fissures continue avec un rythme beaucoup moins soutenu.

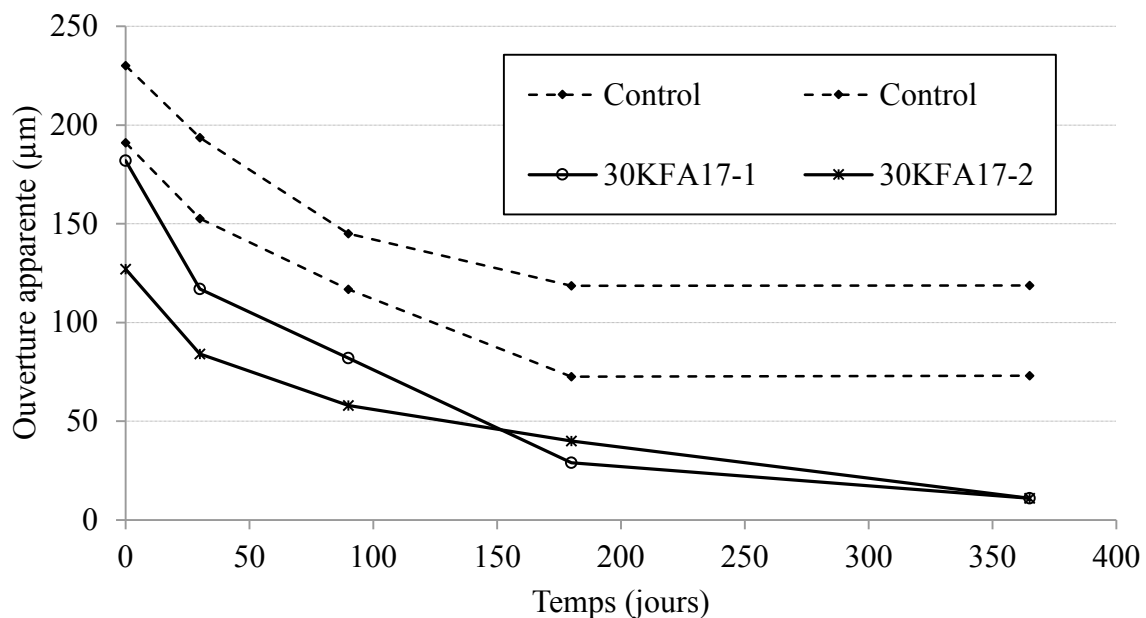


Figure 6-4. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30KFA17 fissuré à 28 jours.

À la fin des 12 mois d'autocicatrisation, les ouvertures apparentes des fissures sont réduites à 11 μm . les taux finaux de cicatrisation sont de 87% pour la grosse fissure et de 75% pour la petite fissure. Ces taux de cicatrisation sont nettement plus importants que ceux des fissures du mortier témoin (Tableau 6-5).

Tableau 6-5. Taux de cicatrisation du mortier 30KFA17.

Échantillon	10KFA17-1	10KFA17-2	Control-1	Control-2
Ouverture apparente initiale (μm)	182	127	191	230
Ouverture apparente finale (μm)	11	11	73	119
Taux de cicatrisation (%)	94	91	62	48

6.1.2 Microstructure des produits d'autocicatrisation des fissures des mortiers avec inclusion réactives riches en chaux libre

Mortier avec agent expansif à base de chaux libre (EA)

L'observation au MEB des fissures cicatrisées du mortier 10EA montre que, comme les fissures des échantillons témoins, les produits d'autocicatrisation sont principalement des cristaux de calcite formant une couche compacte sur les surfaces internes des fissures. Les dépôts de calcite (Figure 6-5) sont plus denses que ceux des échantillons témoins et ils se retrouvent préférentiellement près de l'embouchure des fissures (au voisinage des faces exposées à l'environnement externe). Plus en profondeur, les dépôts sont moins denses et moins compacts. Ils sont composés d'un mélange de cristaux de calcite et d'ettringite (Figure 6-6).

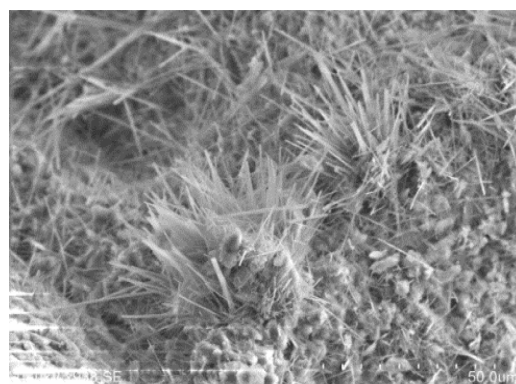
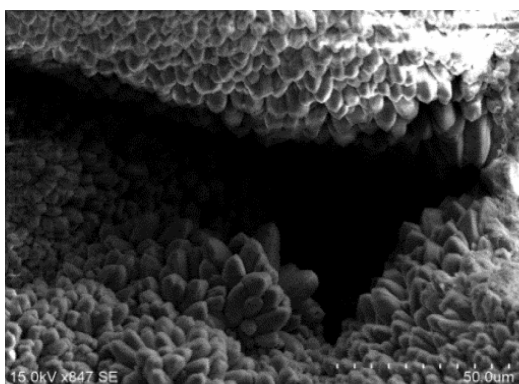
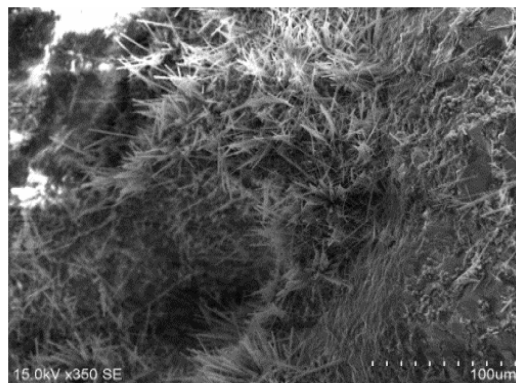
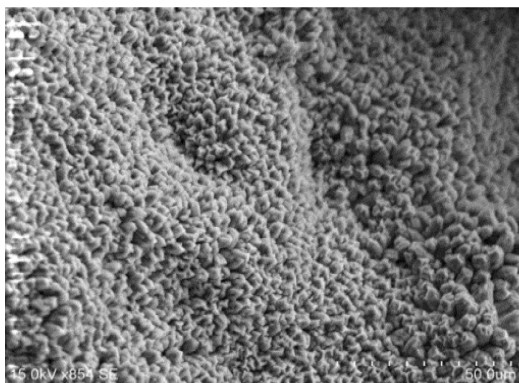


Figure 6-5. Calcite dans une fissure CONEX (au voisinage des faces exposées à l'environnement externe)

Figure 6-6. Mélange de calcite et ettringite dans une fissure CONEX (vers le centre de la fissure)

Mortier avec les cendres volantes de biomasse KFA9

L'observation au MEB des fissures cicatrisées du mortier 10KFA9 a également montré que les produits d'autocicatrisation sont principalement des cristaux de calcite formant une couche pas très compacte sur les surfaces internes des fissures. Les dépôts de calcite (Figure 6-7) sont moins denses que ceux du mortier 10EA

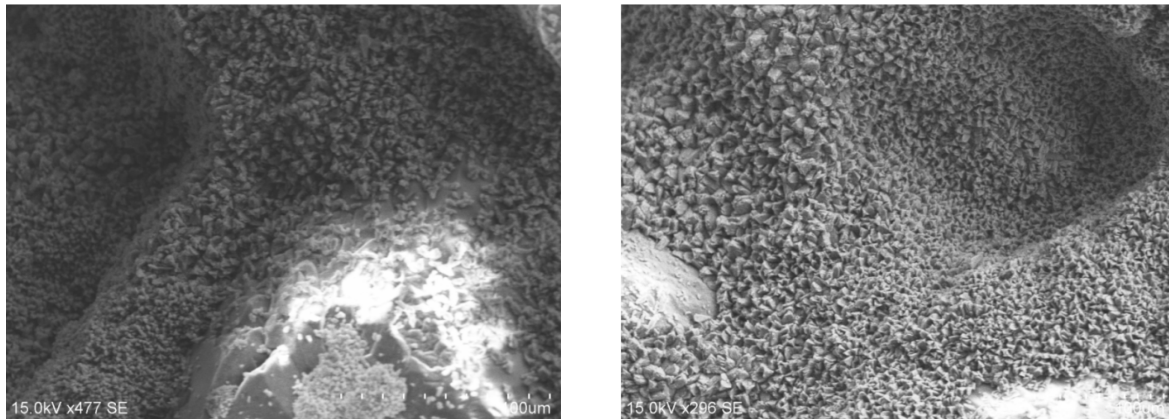


Figure 6-7. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 10KFA9

Mortier avec 10 % des cendres volantes de biomasse KFA17

À nouveau pour ce type de mortier, les produits de cicatrisation trouvés sont des cristaux de calcite. La couche n'est encore pas assez épaisse pour couvrir complètement les grains de sable sur les parois internes des fissures (Figure 6-8)

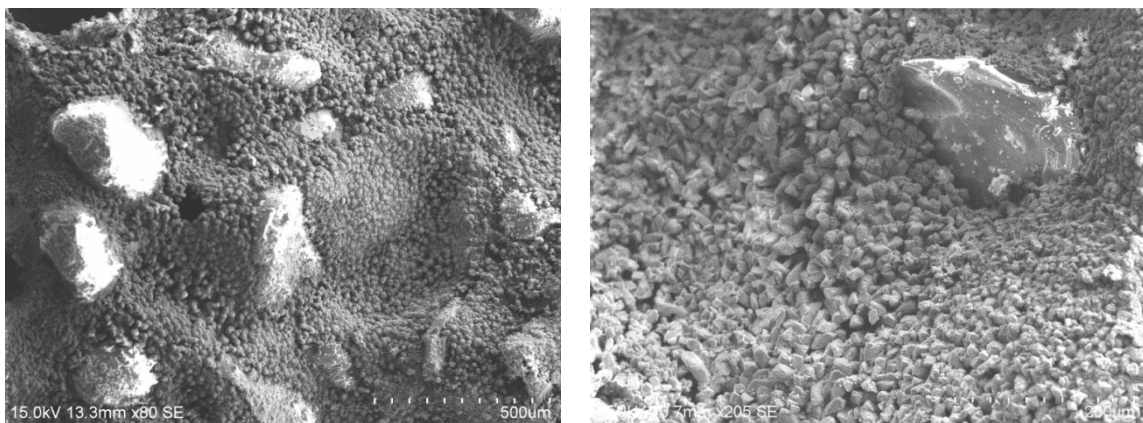


Figure 6-8. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 10KFA17

Mortier avec 30 % des cendres volantes de biomasse KFA17

Les fissures cicatrisées du mortier 30KFA17 montrent une microstructure très dense de la couche de cicatrisation. Cette couche est assez dense pour couvrir et cacher les formes initiales des reliefs du plan de fissuration (grains de sable...). Des formations en relief de calcite sont visibles indiquant une épaisseur importante de la couche de cicatrisation (Figure 6-9). De l'ettringite est également observée sur certaines surfaces des fissures (Figure 6-10)

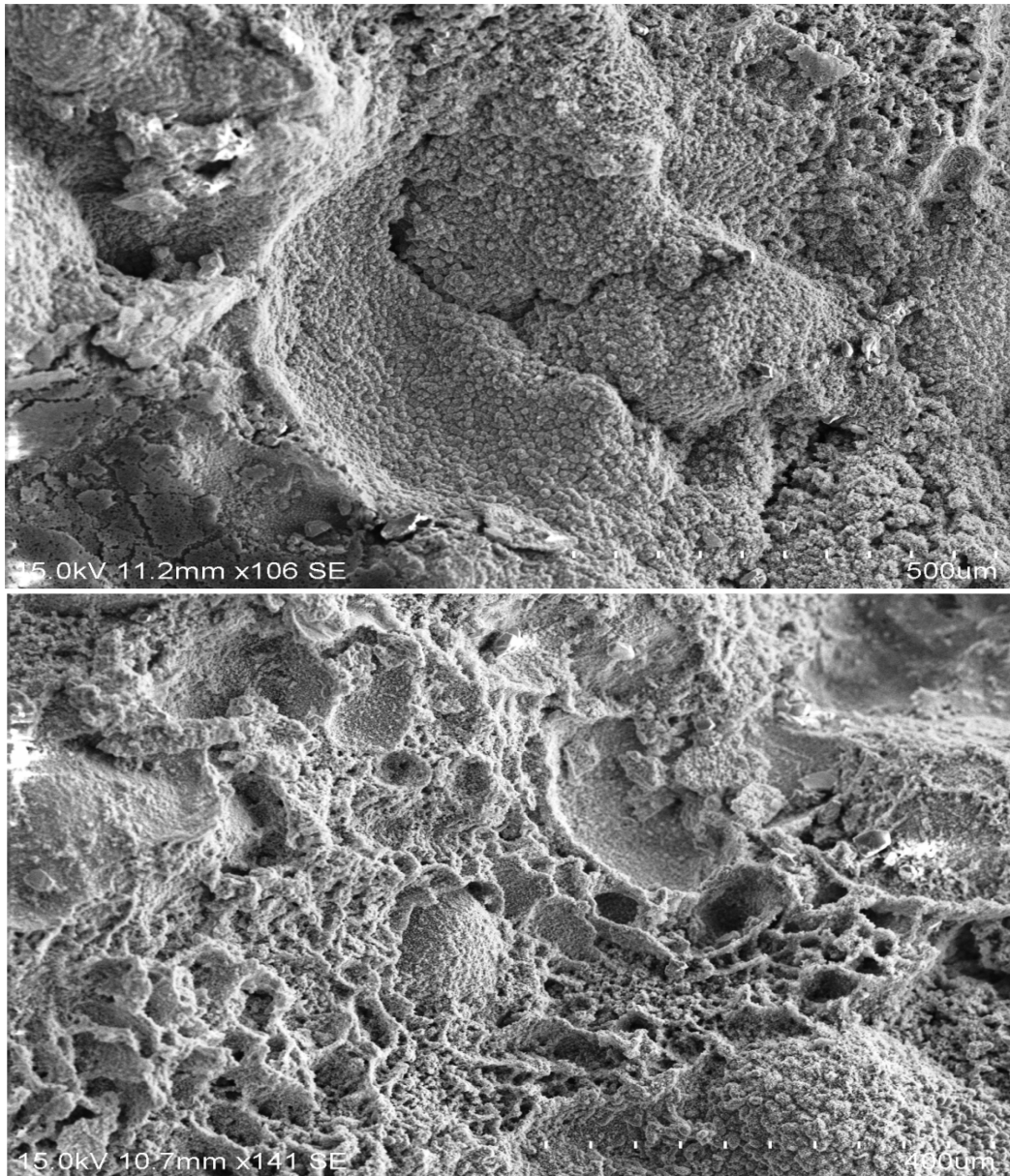


Figure 6-9. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 30KFA17

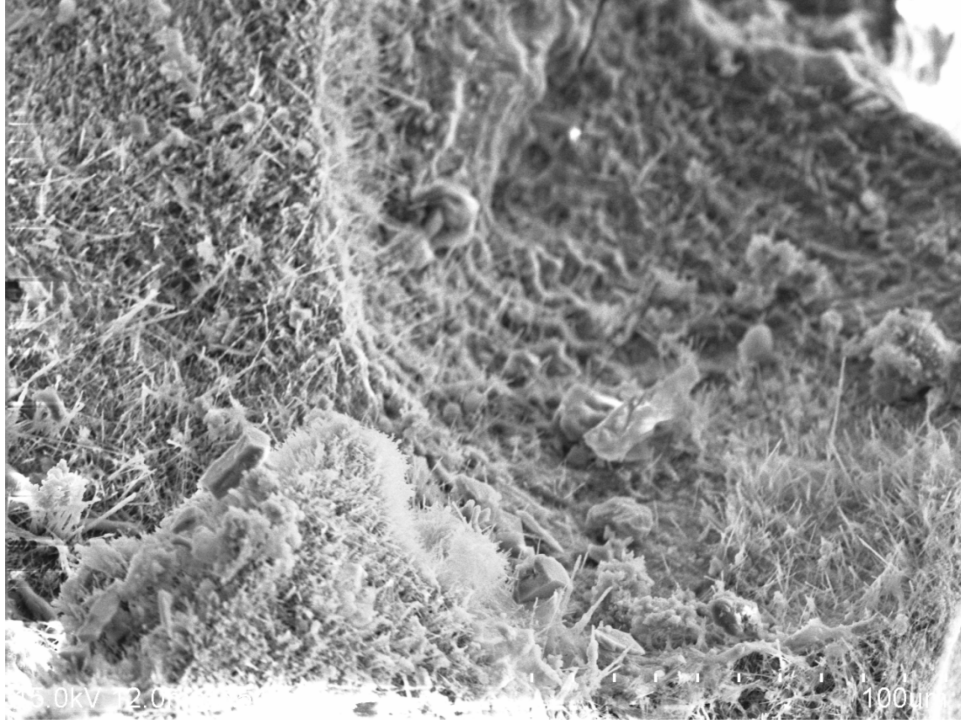


Figure 6-10. Mélange de calcite et d'ettringite observé au MEB dans les fissures cicatrisées du mortier 30KFA17

6.2 Teneur en portlandite à 28 jours des mortiers

Les teneurs en portlandite des mortiers ont été déterminées à partir des analyses thermogravimétriques. Le Tableau 6-6 présente les résultats obtenus.

Tableau 6-6. Teneur en portlandite à 28 jours des mortiers de la phase II

Mortier	Teneur en Portlandite (mg/g _{mortier})
Control	44
10EA	58
10KFA9	42
10KFA17	46
30KFA17	54

Le mortier 10EA, dans lequel 10 % de ciment a été remplacés par l'agent expansif (EA), contient 31 % plus de portlandite que le mortier témoin (Control) à l'âge de 28 jours. Cette augmentation de la teneur en portlandite provient de l'hydratation de la chaux libre contenue dans l'agent expansif. En effet l'agent expansif (EA) contient 58% de CaO libre.

Dans le mortier 10KFA9, 10% du ciment a été remplacé par les cendres volantes de biomasse KFA9. Ces cendres volantes contiennent seulement 9 % de chaux libre. Le remplacement du ciment par ces cendres a produit une diminution de 5% de la teneur en portlandite dans le mortier à l'âge de 28 jours par rapport au mortier témoin (Control).

Tableau 6-7. Teneur en CaO libre des inclusions réactives

Inclusion	Teneur en CaO libre (%)
EA	58
KFA9	9
KFA17	17

Le mortier 10KFA17 contient 10% de cendres volantes (KFA17) ayant une teneur en chaux libre de 17%, en remplacement de ciment. À l'âge de 28 jours, la teneur en portlandite est de seulement 3 % supérieure à celle du mortier témoin (Control). En revanche, le remplacement de 30% de ciment par ces mêmes cendres volantes dans le mortier 30KFA17 augmente la teneur en portlandite de 22% comparé au mortier témoin (Control).

La teneur en chaux libre de l'inclusion introduite dans le mortier semble avoir un impact direct sur sa teneur en portlandite à 28 jours. En considérant que toute la chaux libre (CaO) des inclusions introduites dans le mortier réagit avec l'eau de gâchage et donne de la chaux hydratée (Ca(OH)₂), et que la portlandite formée ne sera consommée par aucune activité pozzolanique des réactifs pendant les 28 jours de conservation dans la chambre humide, il est possible d'estimer l'apport en portlandite de chacune des inclusions.

Chaque molécule d'oxyde de calcium réagit avec une molécule d'eau (H₂O) et produit une molécule d'hydroxyde de calcium (Équation 6-1)



Connaissant la teneur en CaO apportée par l'inclusion introduite dans le mortier, il est possible de calculer la teneur en Ca(OH)₂ produite selon l'Équation 6-2.

$$P_i = \frac{T(CaO)_i}{M_{CaO}} \times M_{Ca(OH)_2} \quad \text{Equation 6-2}$$

Où:

P_i : Teneur en portlandite apportée par l'inclusion introduite dans le mortier en mg/g_{mortier}

$T(CaO)_i$: Teneur en CaO libre apportée par l'inclusion dans le mortier en mg/g_{mortier}

M_{CaO} : Masse molaire de l'oxyde de calcium en g.mol⁻¹

$M_{Ca(OH)_2}$: Masse molaire de l'hydroxyde de calcium en g.mol⁻¹

Le Tableau 6-8 présente les résultats des calculs de la portlandite apportée par les inclusions introduites dans les mortiers. La deuxième colonne du tableau présente les quantités de portlandites apporté par l'hydratation de ciment (P_c). Cette valeur est obtenue à partir de la teneur en portlandite obtenue par analyse thermogravimétrique du mortier témoin selon l'Équation 6-3.

$$P_c = P_{ATG}(Control) \times (1 - \tau_i) \quad \text{Equation 6-3}$$

Avec :

$P_{ATG}(control)$: Teneur en portlandite, à 28 jours, du mortier témoin (Control) obtenue par analyse thermogravimétrique.

τ_i : Taux de remplacement de ciment par les inclusions dans les mortiers

La troisième colonne présente la teneur totale en portlandite apportée par l'hydratation de CaO des inclusions (P_i). La quatrième colonne montre la teneur totale de portlandite calculée : $P = P_c + P_i$.

La dernière colonne du tableau présente la teneur en portlandite obtenue à partir des analyses thermogravimétriques des mortiers à 28 jours. Globalement, les valeurs des teneurs en portlandite des mortiers à l'âge de 28 jours obtenues par les deux méthodes sont très proches.

Tableau 6-8. Apport en portlandite des inclusions introduites dans les mortiers du deuxième programme expérimental.

Mortier	P_c (mg/g_{mortier})	P_i (mg/g_{mortier})	P (mg/g_{mortier})	P_{ATG} (mg/g_{mortier})
Control	44	0	44	44
10EA	40	20	60	58
10KFA9	40	3	43	42
10KFA17	40	6	46	46
30KFA17	31	23	54	54

6.3 Discussion de la phase II: Effet de la teneur en portlandite sur la cicatrisation des mortiers fissurés

L'observation au MEB de la microstructure des produits de cicatrisation formés dans les fissures des différents mortiers du deuxième programme expérimental a montré qu'il s'agit toujours principalement d'une couche de cristaux de carbonates de calcium, avec une présence moins importante de l'étringite. Le mécanisme principal responsable de la cicatrisation des fissures de ces mortiers est donc la carbonatation.

La Figure 6-11 montre la cinétique de formation des produits de cicatrisation dans les fissures du mortier 10EA. Pendant les six premiers mois d'autocicatrisation, la cinétique de formation des produits de cicatrisation dans les fissures du mortier 10EA est similaire pour les trois fissures étudiées. Elle est également semblable à celle de formation des produits de cicatrisation dans les fissures du mortier témoin. Le mortier 10EA contient 31% plus de portlandite que le mortier témoin (Control) au moment de la fissuration à l'âge de 28 jours. Cette différence en teneur portlandite ne semble pas avoir un impact sur la formation de la calcite dans les fissures pendant les 6 premiers mois d'autocicatrisation.

Entre 6 et 12 mois la formation de produits de cicatrisation s'arrête dans les fissures du mortier témoin et continue dans les fissures du mortier 10EA. La teneur plus importante en portlandite dans la matrice cimentaire avoisinante des fissures du mortier 10EA peut expliquer cette différence de cinétique de cicatrisation.

Le mortier 10EA montre un fort potentiel d'autocicatrisation, quel que soit l'ouverture initiale de la fissure. La fissure large a présenté le même taux d'autocicatrisation que les

fissures moyenne et fine d'environ 85%. La capacité importante d'autocicatrisation de ce mortier est particulièrement illustrée par la quantité importante de produits de cicatrisation qui s'est formée dans la fissure large. En effet, l'épaisseur de cicatrisation de cette fissure à 12 mois est de 242 μm .

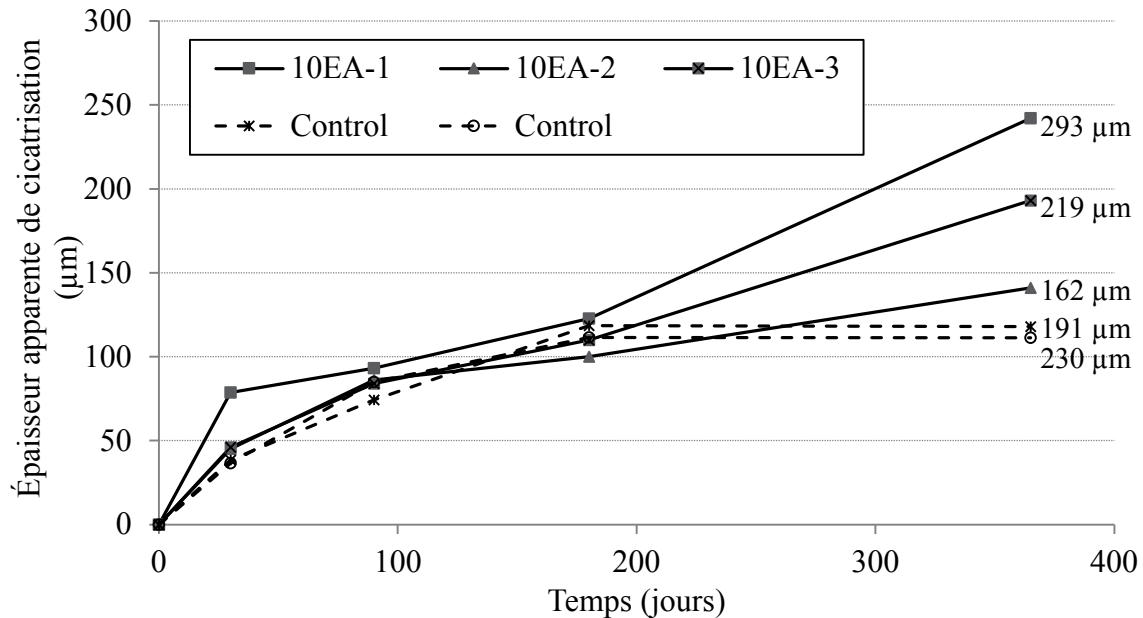


Figure 6-11. Cinétique de formation de produits de cicatrisation dans les fissures du mortier 10EA fissuré à l'âge de 28 jours

L'effet de la teneur en portlandite sur le potentiel d'autocicatrisation est encore une fois démontré en observant la Figure 6-12. Les deux graphiques présentent la cinétique de formation des produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10KFA9 et 10KFA17. Le graphique du haut présente les petites fissures et celui du bas présente les grosses fissures. Le mortier 10KFA17 contient seulement 8% plus de portlandite que le mortier 10KFA9. Pour les grosses fissures il n'y a pas une différence entre les cinétiques de cicatrisation des deux mortiers pendant les 6 premiers mois d'autocicatrisation. La différence se manifeste entre 6 et 12 mois. Pendant cette phase, la formation des produits de cicatrisation s'arrête dans la fissure du mortier 10KFA9 et continue dans la fissure du mortier 10KFA17. Pour les petites fissures, la cinétique de formation des produits de cicatrisation dans les fissures du mortier 10KFA17 est plus rapide que celle du mortier 10KFA9, du début des essais de cicatrisation jusqu'à la fin.

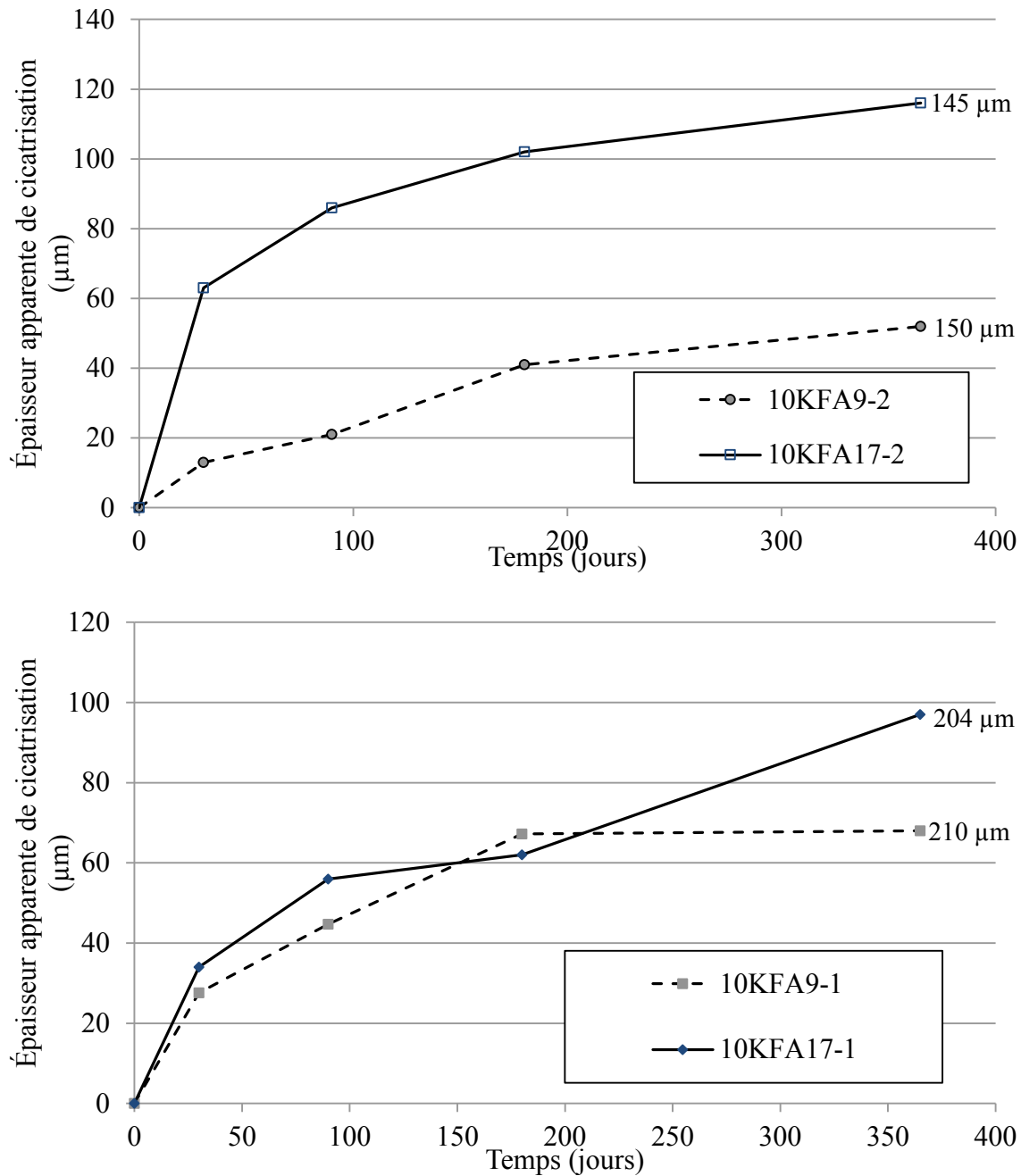


Figure 6-12. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10KFA9 et 10KFA17 fissurés à l'âge de 28 jours

La Figure 6-13 montre une comparaison entre la cinétique de formation des produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10KFA17 et 30KFA17. Il faut préciser ici que le mortier 30KFA17 contient 18% plus de portlandite que le mortier 10KFA17.

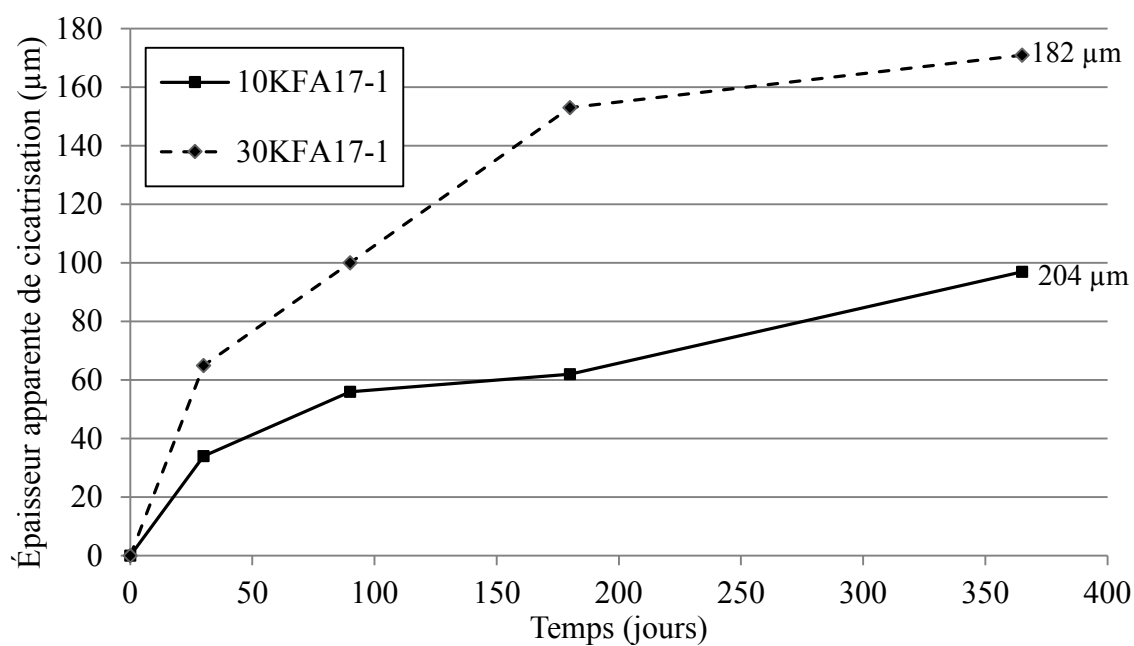
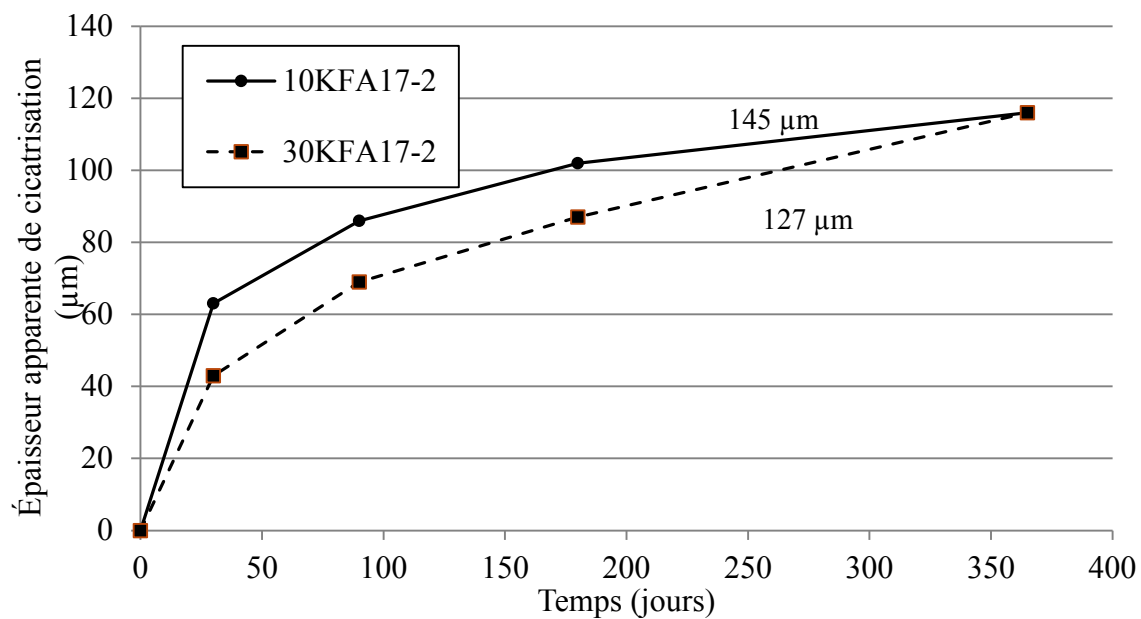


Figure 6-13. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10KFA17 et 30KFA17 fissurés à l'âge de 28 jours

Le graphique du haut compare les petites fissures des deux mortiers, celui du bas compare les fissures plus larges. Il est possible de constater que la différence en teneur en portlandite n'a pas une influence remarquable sur la cinétique de formation de produits de cicatrisation dans les petites fissures. L'influence de la teneur en portlandite est beaucoup plus importante dans le cas des fissures larges. En effet, pour cette classe d'ouverture initiale, la fissure du mortier 30KFA17 cicatrise beaucoup plus rapidement que la fissure du mortier 10KFA17.

Les mortiers 10EA et 30KFA17, ayant les plus fortes teneurs en portlandite de 58 mg/g_{mortier} et 54 mg/g_{mortier} respectivement, montrent un très grand potentiel d'autocicatrisation. Pour le mortier 30KFA17, les taux de cicatrisation sont de plus de 90%, quel que soit la classe de l'ouverture initiale des fissures. Pour le mortier 10EA, les taux de cicatrisation sont supérieurs à 87%. Il faut préciser ici que, bien que les taux de cicatrisation du mortier 30KFA17 soient plus élevés, les épaisseurs de cicatrisation des fissures du mortier 10EA sont plus importantes. Les ouvertures apparentes initiales des fissures du mortier 10EA sont plus grandes que celles des fissures du mortier 30KFA17.

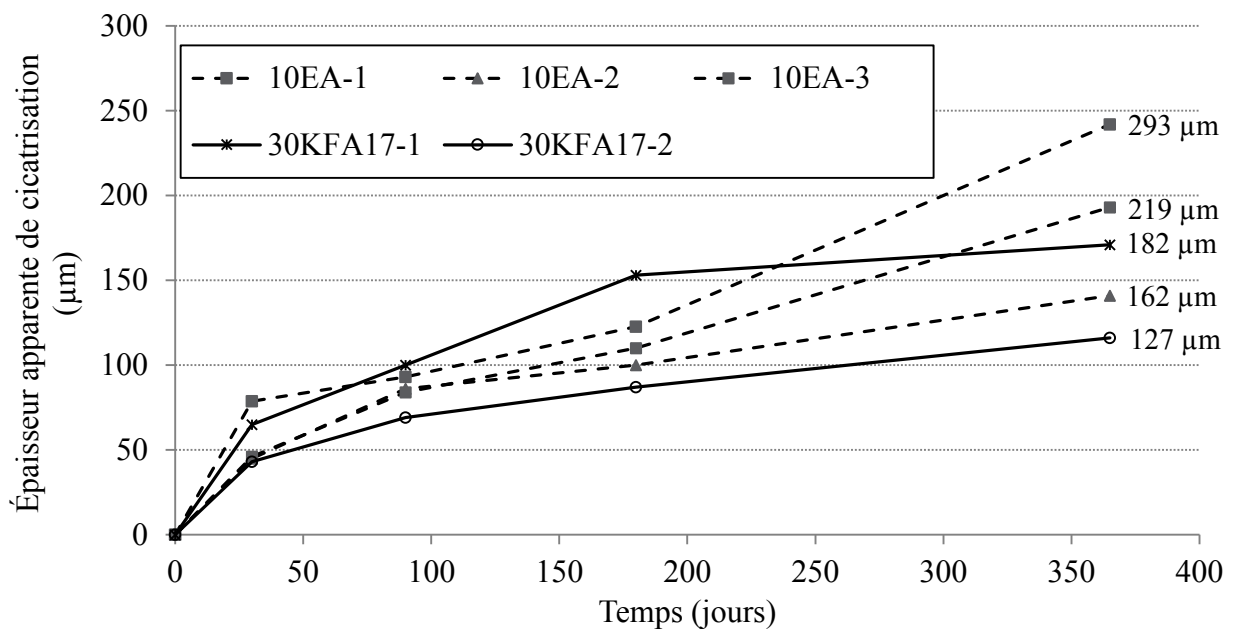


Figure 6-14. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10EA et 30KFA17 fissurés à l'âge de 28 jours

6.4 Conclusions sur les résultats de la phase II : Effet de la teneur en portlandite sur la cicatrisation des mortiers fissurés

En observant les mécanismes de carbonatation expliqués dans la section 2.1, il est possible de conclure que l'augmentation de la teneur en portlandite dans la matrice cimentaire augmente le potentiel d'autocicatrisation des mortiers par le biais de deux actions qui sont:

- 1- La dissolution de la portlandite augmente le pH de la solution aqueuse dans les fissures et le maintient plus longtemps supérieure à 10,3 (intervalle de prédominance d'ions carbonate),
- 2- L'augmentation de la disponibilité des ions calcium qui sont facilement disponibles via la solution interstitielle.

Le mortier 10KFA9, ayant une teneur en portlandite plus faible que celle du mortier témoin au moment de la fissuration, a montré un faible potentiel d'autocicatrisation des fissures après 12 mois de conservation en chambre humide. Les taux de cicatrisation finaux sont de 32% pour la fissure ayant une ouverture apparente initiale de 210 μm et de 27% pour la fissure ayant une ouverture apparente initiale de 150 μm .

Le mortier 10 KFA17, ayant une teneur en portlandite au moment de la fissuration plus importante de 46 $\text{mg/g}_{\text{mortier}}$ a présenté des taux de cicatrisation plus élevés pour les mêmes conditions de conservation (12 mois de conservation dans la chambre humide).

Les mortiers 10EA et 30KFA17, ayant les plus fortes teneurs en portlandite au moment de la fissuration (respectivement de 58 $\text{mg/g}_{\text{mortier}}$ 54 $\text{mg/g}_{\text{mortier}}$) ont montré une très forte capacité d'autocicatrisation. Les taux de cicatrisation du mortier 10EA sont supérieurs à 80% pour des fissures ayant des ouvertures apparentes initiales des 162 μm , 219 μm et 293 μm . Ceux du mortier 30KFA17 sont supérieur à 90% pour des fissures ayant des ouvertures apparentes initiales de 127 μm et 182 μm .

Une relation semble donc exister entre la teneur en portlandite au moment de sa fissuration et son potentiel d'autocicatrisation. Pour mieux démontrer cette relation, les épaisseurs apparentes de cicatrisation des grosses fissures ($\approx 200 \mu\text{m}$) sont présentées sur la Figure 6-15, en fonction de leurs teneurs en portlandite au moment de la fissuration. Les grosses fissures ont été choisies car elles offrent assez d'espace pour ne pas limiter la formation de

produits de cicatrisation pendant les 12 mois d'essais. Pour cette classe de fissures, les ouvertures apparentes initiales des fissures ont des valeurs assez proches.

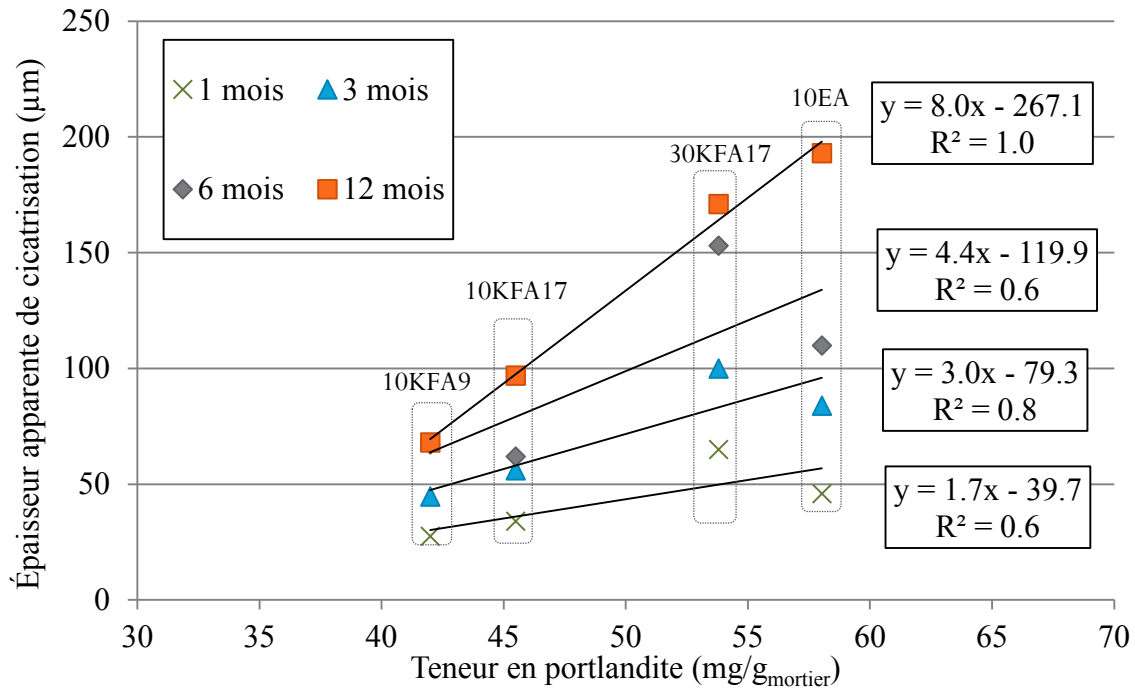


Figure 6-15. Épaisseur apparente de cicatrisation en fonction de la teneur en portlandite au moment de la fissuration pour différents termes d'autocicatrisation.

Il semble exister une corrélation entre l'épaisseur apparente de cicatrisation et la teneur en portlandite au moment de la fissuration. Pour chaque âge de suivi de l'autocicatrisation (1, 3, 6 et 12 mois), une courbe de tendance de la relation entre l'épaisseur apparente de cicatrisation et la teneur en portlandite est établie. Les courbes obtenues sont linéaires ayant des pentes positives montrant que, pour toutes les échéances, l'épaisseur apparente de cicatrisation est plus importante pour les mortiers ayant les teneurs en portlandite les plus élevées. Les pentes des courbes de tendance augmentent avec le temps Ce qui implique que l'effet de la teneur en portlandite sur le potentiel d'autocicatrisation augmente avec le temps de conservation, surtout entre 6 et 12 mois.

CHAPITRE 7

RÉSULTATS DE LA PHASE III : ÉTUDE DE L'EFFET DES INCLUSIONS RÉACTIVES EN BILLES À BASE DE CIMENT FAIBLEMENT HYDRATÉ ET/OU DE CAO LIBRE SUR LA CAPACITÉ D'AUTOCICATRISATION DES MORTIERS

Les deux chapitres précédents visaient à étudier les effets de la teneur en ciment anhydre et de la teneur en portlandite sur le potentiel d'autocicatrisation des mortiers fissurés. Il a été confirmé que la teneur en particules de ciment anhydre dans la matrice cimentaire au moment de la fissuration n'augmente pas le potentiel d'autocicatrisation des mortiers ayant des rapports E/C de 0.35 et 0.485. En revanche, la teneur en portlandite semble avoir un effet important sur la capacité d'autocicatrisation de mortiers fissurés pendant les 12 mois qui suivent la fissuration. En effet, les mortiers ayant les plus fortes teneurs en portlandite au moment de la fissuration ont montré les plus forts potentiels d'autocicatrisation.

L'idée dans cette partie du programme expérimental est de concentrer, dans des micros billes, les réactifs nécessaires (ciment anhydre et / ou ions calcium) pour augmenter le potentiel d'autocicatrisation des matrices cimentaire dans des micros billes. Les billes ont une taille maximale de 2.5 mm et sont introduites dans la formulation des mortiers en remplacement de sable.

Ce chapitre présente des résultats des essais d'autocicatrisation sur des anneaux de mortiers. Les essais comprennent des tests de perméabilité à l'air sur les fissures en cours d'autocicatrisation et des observations de fissures cicatrisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage.

Dix formulations de mortiers ont fait l'objet de cette partie de l'étude. Les mortiers peuvent être classés en trois catégories selon la nature des billes de réactifs introduites :

Mortiers contenant des billes de ciments faiblement hydraté (CB) :

- 10CB1.25 : 10 % du sable est remplacé par des billes de ciment CB1.25.
- 30CB1.25 : 30 % du sable est remplacé par des billes de ciment CB1.25.
- 10CB2.5 : 10 % du sable est remplacé par des billes de ciment CB2.50.
- 30CB2.5 : 30 % du sable est remplacé par des billes de ciment CB2.50.

Un seul échantillon en anneau a été fissuré de chaque mortier. Les ouvertures apparentes initiales des fissures sont comprises entre 170 μm et 200 μm .

Mortiers contenant des billes d'un mélange faiblement hydraté de ciment et d'agent expansif à base de chaux libre (CEAB) :

- 10CEAB1.25 : 10 % du sable est remplacé par des billes CEAB1.25.
- 30CEAB1.25 : 30 % du sable est remplacé par des billes de ciment CEAB1.25.
- 10CEAB2.5 : 10 % du sable est remplacé par des billes CEAB2.5.
- 30CEAB2.5 : 30 % du sable est remplacé par des billes CEAB2.5.

Un seul échantillon en anneau a été fissuré de chaque mortier. Les ouvertures apparentes initiales des fissures sont comprises entre 160 μm et 180 μm .

Mortiers contenant des billes de cendres volantes de Kruger (KFAB) :

- 10KFAB : 10 % du sable est remplacé par des billes KFAB
- 30KFAB : 30 % du sable est remplacé par des billes KFAB

Un seul échantillon en anneau a été fissuré de chaque mortier. Les ouvertures apparentes initiales des deux fissures sont de 175 μm et 218 μm .

7.1 Résultats des essais d'autocicatrisation des mortiers de la phase III

Tous les échantillons ont été fissurés à l'âge de 28 jours. Le Tableau 7-1 présente les ouvertures initiales des fissures mesurées géométriquement et l'ensemble des résultats obtenus à partir des mesures de débit d'air ainsi que les ouvertures apparentes des fissures calculées à partir des mesures de débit d'air pour les différentes échéances de suivi de

l'autocicatrisation. La dernière colonne présente l'épaisseur des produits de cicatrisation formés après 12 mois de conservation dans la chambre humide.

Tableau 7-1. Résultats des essais de mesure de débit d'air et des ouvertures apparentes calculées des fissures des mortiers de la phase III du projet.

Échantillon	Mesure optique de l'ouverture, W _o (μm)	Débit d'air (L/min)					Ouverture apparente W _a (μm)					E _a (μm)
		Temps de cicatrisation (mois)					Temps de cicatrisation (mois)					
		0	1	3	6	12	0	1	3	6	12	
Control-1	193	9,80	7,00	4,22	1,72	-	191	153	117	73	73	118
Control-2	216	14,1	11,0	6,37	4,35	4,36	230	194	145	119	119	111
10CB1.25	175	7,76	2,94	2,81	2,19	0,92	170	105	102	91	60	110
30CB1.25	203	10,9	8,47	4,18	1,46	0,52	202	177	125	75	46	156
10CB2.5	194	8,12	4,06	3,19	0,81	0,35	174	123	109	57	38	136
30CB2.5	201	10,3	2,70	1,96	0,92	0,33	196	101	86	60	37	159
10CEAB1.25	175	7,06	2,49	2,44	1,11	0,15	162	97	96	65	27	135
30CEAB1.25	186	7,38	3,12	2,19	1,22	0,11	166	108	91	69	23	143
10CEAB2.5	205	8,05	3,97	2,2	2,09	0,23	173	121	91	63	42	131
30CEAB2.5	197	8,71	3,12	0,29	0,11	0,02	180	108	35	23	13	167
10KFAB	194	8,24	4,12	2,82	1,55	1,54	175	124	103	77	76	99
30KFAB	215	12,7	4,42	3,22	2,82	2,52	218	128	109	103	97	121

7.1.1 Cinétique d'autocicatrisation des mortiers

7.1.1.1 Cinétique d'autocicatrisation des mortiers contenant les billes de ciment (CB)

Les mortiers contenant des billes de ciment faiblement hydraté ont été fissurés à l'âge de 28 jours puis immédiatement conservés dans une chambre humide. Le suivi de l'autocicatrisation s'est fait pendant les 12 mois qui ont suivi la fissuration. Quatre mortiers ont été étudiés : Deux mortiers avec des billes de ciment CB1.25 et les deux autres avec des billes de ciment CB2.5. Chaque classe de billes de ciment est introduite en remplacement (de masse) de sable avec deux taux d'incorporation de 10% et 30%.

La Figure 7-1 montre l'évolution des ouvertures apparentes des fissures des mortiers contenant les billes de ciment CB1.25 : 10CB1.25 et 30CB1.25. Les courbes en pointillé présentent l'évolution des ouvertures apparentes des fissures du mortier témoin (Control).

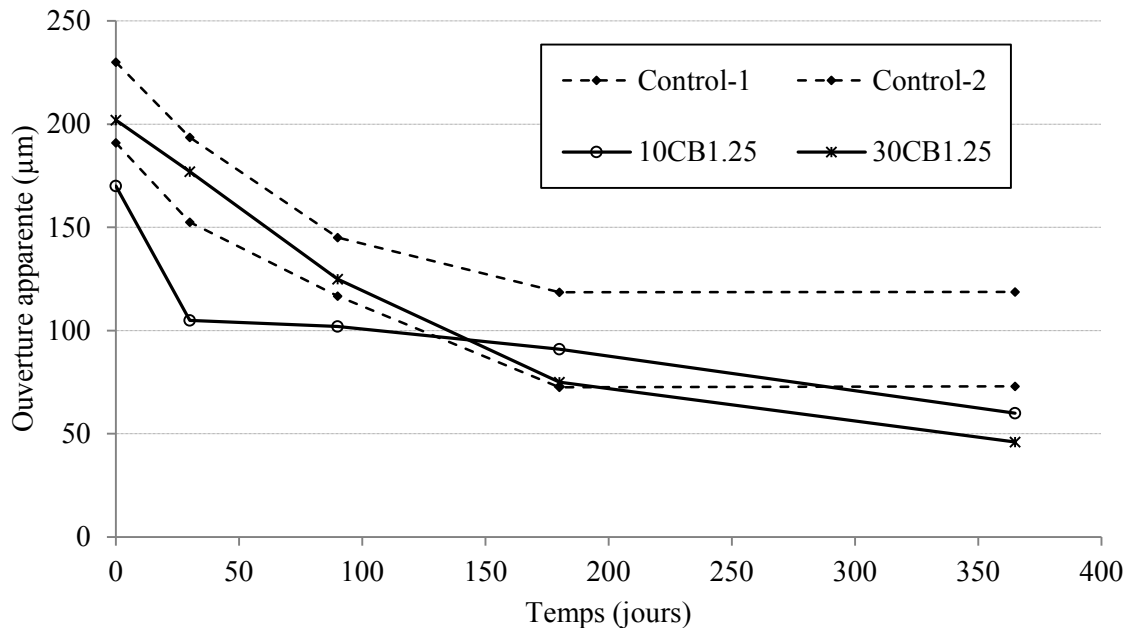


Figure 7-1. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers 10CB1.25 et 30CB1.25 fissurés à 28 jours

L'incorporation des billes de ciment CB1.25 avec un taux d'incorporation de 10% semble accélérer la cicatrisation de la fissure du mortier 10CB1.25 pendant le premier mois. L'ouverture apparente initiale de la fissure est de 170 μm . Elle a diminué de 65 μm à la fin du premier mois d'autocicatrisation. Entre 1 et 6, mois la diminution de l'ouverture apparente de la fissure devient très faible et elle s'accélère de nouveau entre 6 et 12 mois. Au total, l'épaisseur finale de cicatrisation est de 110 μm après les 12 mois de conservation dans la chambre humide. Cette baisse de l'ouverture apparente correspond à un taux d'autocicatrisation de 65%. Ce taux de cicatrisation est comparable à celui de la fissure du mortier témoin ayant une ouverture apparente initiale semblable.

La fissure du mortier 30BC1.25 (contenant 30% de billes de ciment BC1.25) montre une cinétique d'autocicatrisation semblable à celle du mortier témoin pendant les 6 premiers mois d'autocicatrisation. Cependant, entre 6 et 12 mois, alors que la cicatrisation s'arrête pour la fissure du mortier témoin, l'ouverture apparente de la fissure du mortier 30CB1.25 continue de diminuer. L'épaisseur finale de cicatrisation est de 156 μm , soit 46 μm supérieure à celle de la fissure du mortier 10BC1.25 (Tableau 7-2).

Tableau 7-2. Épaisseurs apparentes et taux apparents de cicatrisation des mortiers avec les billes de ciment CB1.25 et CB2.5

Échantillon	10CB1.25	30CB1.25	10CB2.5	30CB2.5	Témoin	Témoin
Ouverture apparente initiale (μm)	170	202	174	196	191	230
Ouverture apparente finale (μm)	60	46	38	37	73	119
Épaisseur apparente de cicatrisation (μm)	110	156	136	159	118	111
Taux apparent de cicatrisation (%)	65	77	78	81	62	48

La Figure 7-2 présente l'évolution des ouvertures apparentes des fissures des mortiers qui contiennent des billes de ciment CB2.5 avec deux taux d'incorporation de 10% et 30% : le mortier 10CB2.5 et le mortier 30CB2.5.

Les deux mortiers possèdent une cinétique accélérée de cicatrisation pendant le premier mois de conservation. La fissure du mortier 10CB2.5, ayant une ouverture apparente initiale de 174 μm , a diminué de 51 μm après le premier mois de conservation dans la chambre humide.

La fissure du mortier 30CB2.5 a une ouverture apparente initiale de 196 μm . Elle a diminué de 95 μm pendant cette même période. L'autocicatrisation continue entre 3 et 6 mois pour les deux mortiers avec un rythme moins soutenu. Pour ces mortiers également, la diminution des ouvertures apparentes des fissures continue entre 6 et 12 mois.

Après 12 mois d'autocicatrisation, l'épaisseur apparente finale de cicatrisation de la fissure du mortier 10CB2.5 est de 136 μm , ce qui correspond à un taux apparent de cicatrisation de 78%. La fissure du mortier 30CB2.5 a montré une épaisseur apparente finale de cicatrisation de 159 μm , correspondant à un taux apparent de cicatrisation de 81% (Tableau 7-2).

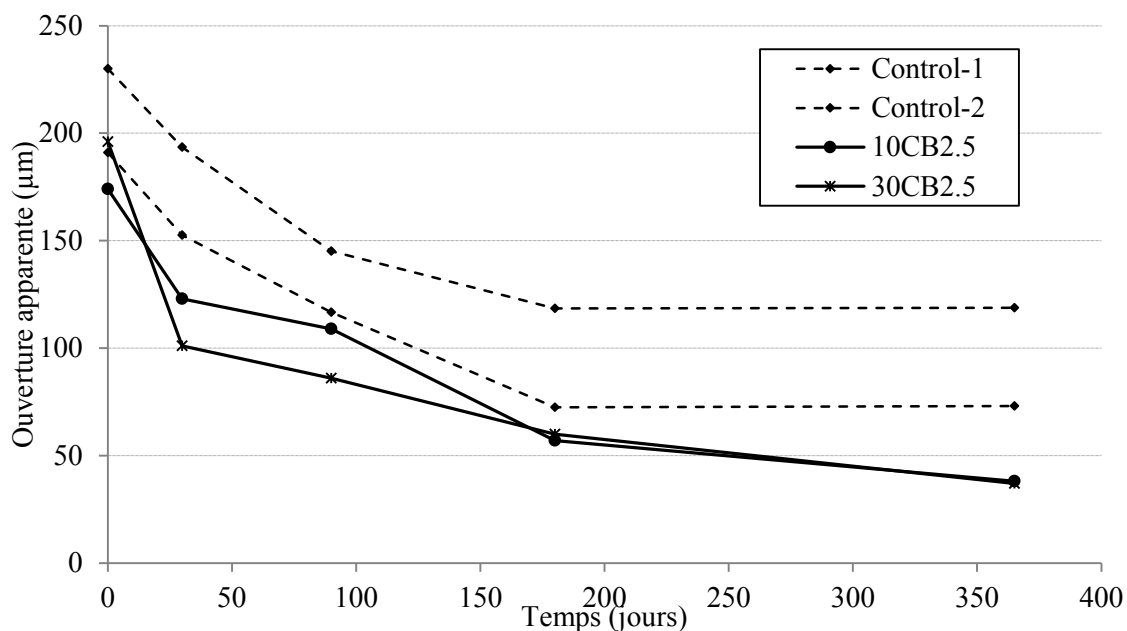


Figure 7-2. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers 10CB2.5 et 30CB2.5 fissurés à 28 jours

7.1.1.2 Cinétique d'autocicatrisation des mortiers contenant les billes de ciment et agent expansif à base de CaO libre (CEAB)

Comme pour les mortiers incorporant les billes de ciment CB1.25 et CB2.5, les mortiers contenant des billes de ciment avec agent expansif CEAB1.25 et CEAB2.5 ont été fissurés à l'âge de 28 jours puis immédiatement conservés dans une chambre humide. Le suivi de l'autocicatrisation s'est fait pendant les 12 mois qui ont suivi la fissuration. Dans ce cas aussi, quatre mortiers ont été étudiés : Deux mortiers avec les billes de classe 1.25 et les deux

autres avec les billes de classe 2.5. Chaque classe de billes est introduite en remplacement de sable selon des taux d'incorporation de 10% et 30%.

Le Tableau 7-3 résume les valeurs des épaisseurs apparentes de cicatrisation et les taux apparents de cicatrisation des fissures des mortiers incorporant les billes de ciment avec agent expansif.

Tableau 7-3. Épaisseurs apparentes et taux apparents de cicatrisation des mortiers avec les billes de ciment CEAB1.25 et CEAB2.5

Échantillon	10CEAB1.25	30CEAB1.25	10CEAB2.5	30CEAB2.5	Témoin	Témoin
Ouverture apparente initiale (µm)	162	166	173	180	191	230
Ouverture apparente finale (µm)	27	23	42	13	73	119
Épaisseur de cicatrisation (µm)	135	143	131	167	118	111
Taux apparent de cicatrisation (%)	83	86	76	93	62	48

La Figure 7-3 montre l'évolution des ouvertures apparentes des fissures des mortiers contenant les billes de ciment avec agent expansif CEAB1.25 (10CEAB1.25 et 30CEAB1.25). Les courbes en pointillé présentent l'évolution des ouvertures apparentes des fissures du mortier témoin.

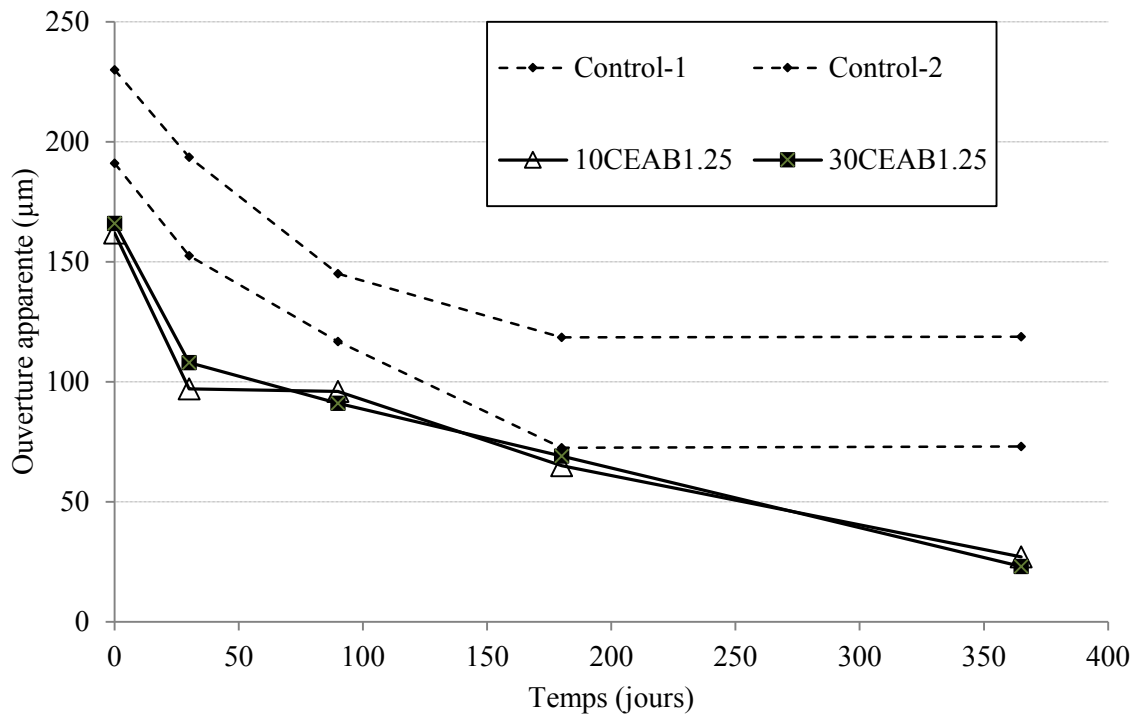


Figure 7-3. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers 10CEAB1.25 et 30CEAB1.25 fissurés à 28 jours

Les deux mortiers 10CEAB1.25 et 30CEAB1.25 montrent des potentiels d'autocicatrisation semblables pour les fissures étudiées. Les cinétiques de cicatrisation des fissures des deux mortiers sont également similaires. Elles diffèrent de celles du mortier témoin, surtout sur la période de 6 à 12 mois où la diminution des ouvertures apparentes des fissures des mortiers 10CEAB1.25 et 30CEAB1.25 se poursuit alors que celles des fissures du mortier témoin se stabilisent à partir du sixième mois de conservation.

La fissure du mortier 10CEAB1.25 ayant une ouverture apparente initiale de 162 μm possède une épaisseur apparente finale de cicatrisation 135 μm . La fissure du mortier 30CEAB possède une épaisseur apparente de cicatrisation plus importante (143 μm). Les taux apparents de cicatrisation des deux fissures sont de 83% et 86% respectivement (Tableau 7-3).

La Figure 7-4 montre l'évolution des ouvertures apparentes des fissures des mortiers qui contiennent les billes de ciment avec agent expansif CEAB2.5 avec des taux d'incorporation de 10% et 30% (10CEAB2.5 et 30CEAB2.5).

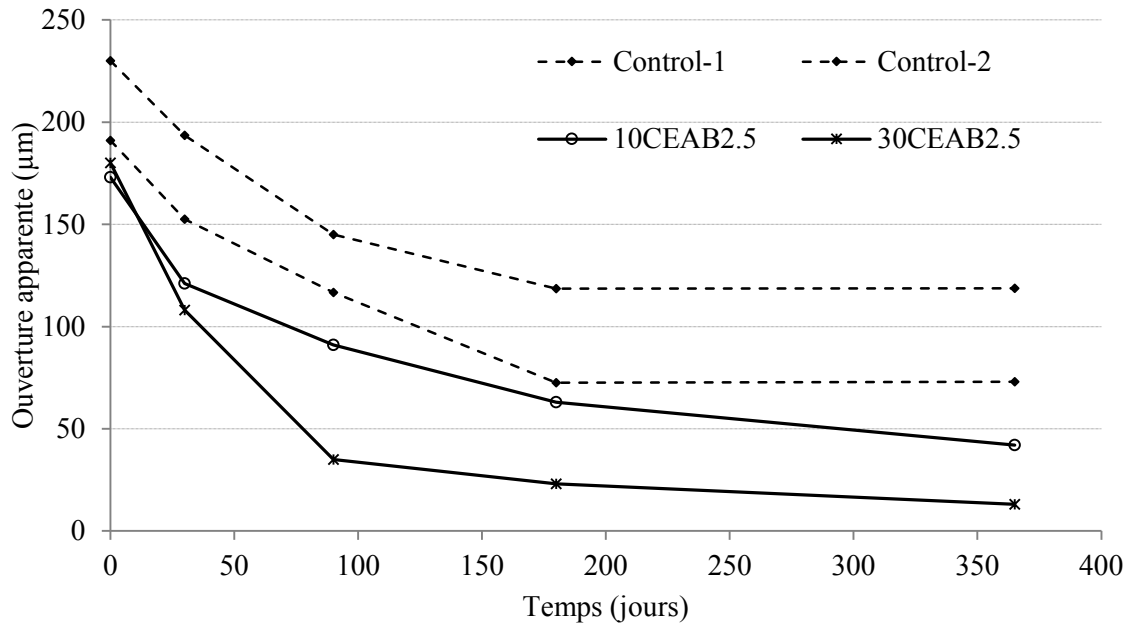


Figure 7-4. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers 10CEAB2.5 et 30EACB2.5 fissurés à 28 jours

Le graphique montre que les fissures des mortiers 10CEAB2.5 et 30CEAB2.5 montrent des cinétiques de cicatrisation plus rapide que celle du mortier témoin. L'évolution des ouvertures apparentes des deux fissures des mortiers 10CEAB2.5 et 30CEAB2.5 indique que le taux d'introduction des billes de ciment avec agent expansif CEAB2.5 influence la cinétique et le potentiel de cicatrisation du mortier fissuré. Les courbes montrent une diminution rapide de l'ouverture apparente pendant le premier mois de conservation dans la chambre humide (52 μm pour la fissure du mortier 10CEAB2.5 et 72 pour la fissure du mortier 30CEAB2.5).

Entre 1 et 3 mois, la diminution demeure rapide pour le mortier contenant 30% des billes CEAB2.5 devient moins soutenu pour le mortier qui n'en contient que 10%.

À la fin des essais, les épaisseurs apparentes finales de cicatrisation sont de 131 μm pour la fissure du mortier 10CEAB2.5 et de 167 μm pour la fissure du mortier 30CEAB2.5. Les taux apparents respectifs de cicatrisation sont de 76% et 93%.

7.1.1.3 Cinétique d'autocicatrisation des mortiers contenant les billes de cendres volantes de biomasse (KFAB)

Deux mortiers contenant des billes de cendres de volantes de biomasse (KFAB) selon deux taux d'incorporation de 10% (mortier 10KFAB) et 30% (mortier 30KFAB) ont été fissurés puis conservés dans la chambre humide pour suivre la cicatrisation de leurs fissures pendant 12 mois.

La Figure 7-5 présente l'évolution des ouvertures apparentes des fissures des mortiers contenant les billes de cendres volantes de biomasse : 10KFAB et 30KFAB. Les courbes en pointillé présentent l'évolution des ouvertures apparentes des fissures du mortier témoin.

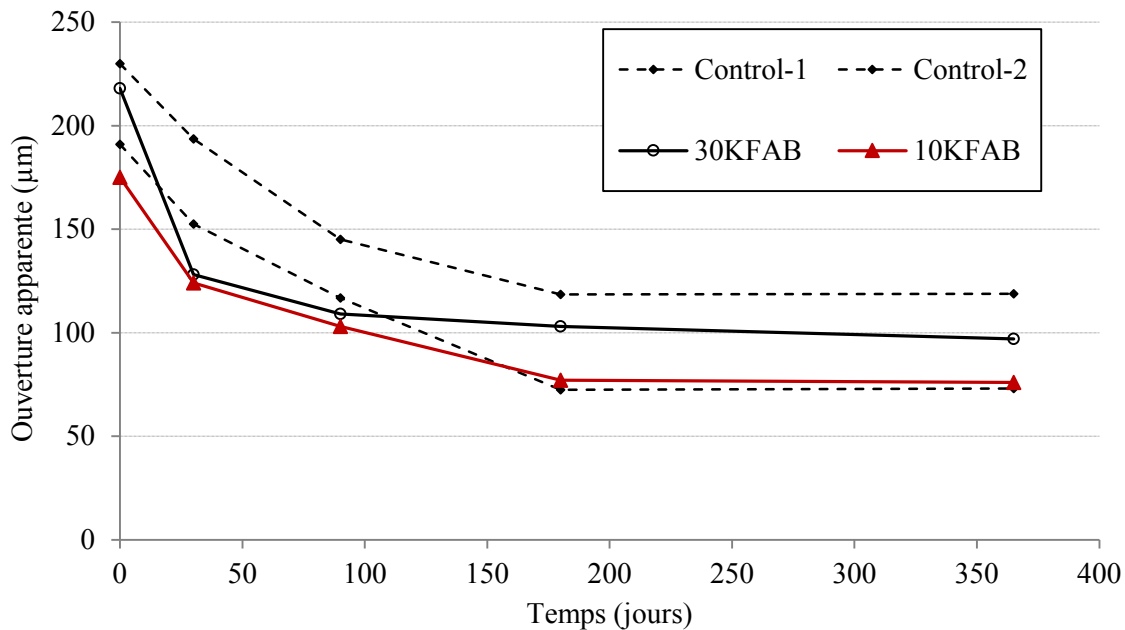


Figure 7-5. Évolution dans le temps des ouvertures apparentes des fissures des mortiers 10KFAB et 30KFAB fissurés à 28 jours

Les deux mortiers contenant les billes de cendres volantes présentent une cinétique accélérée de cicatrisation pendant le premier mois de conservation (plus importante que celle du mortier témoin). En effet, la fissure du mortier 10KFAB, ayant une ouverture apparente initiale de 175 µm, diminue de 51 µm après ce premier mois de conservation contre une diminution de seulement 38 µm pour une fissure du mortier témoin ayant une ouverture apparente initiale semblable. La fissure du mortier 30KFAB montre une diminution plus importante pour cette même période.

L'effet de l'introduction des billes de cendre volantes de biomasse sur le potentiel d'autocicatrisation semble s'estomper après le premier mois de conservation. La diminution des ouvertures apparentes des fissures devient plus lente pour les deux mortiers. Le Tableau 7-4 présente les épaisseurs apparentes de cicatrisation ainsi que les taux apparents de cicatrisation correspondants après les 12 mois. On constate que, globalement, les deux mortiers ont des épaisseurs et des taux de cicatrisation comparables à ceux du mortier témoin.

Tableau 7-4. Épaisseurs apparentes et taux apparents de cicatrisation des mortiers avec les billes de cendres volantes de biomasse

Échantillon	10KFAB	30KFAB	Témoin	Témoin
Ouverture apparente initiale (µm)	175	218	191	230
Ouverture apparente finale (µm)	76	97	73	119
Épaisseur apparente de cicatrisation (µm)	99	121	118	111
Taux apparent de cicatrisation (%)	57	56	62	48

7.1.2 Microstructure des produits d'autocicatrisation des fissures des mortiers avec les billes de réactifs

Mortiers avec les billes de ciment (CB)

La Figure 7-6 montre des exemples de l'aspect visuel typique des cristaux de calcites observés sur les parois des fissures cicatrisées des mortiers avec billes de ciment. La couche de calcite est compacte et homogène couvrant les reliefs du plan de fissuration. En général, elle est assez épaisse pour cacher complètement les reliefs et les grains de sable sur la surface interne. La taille des cristaux varient. La forme varie également, elle peut être cubique (photo du haut) ou prismatique (photo du bas).

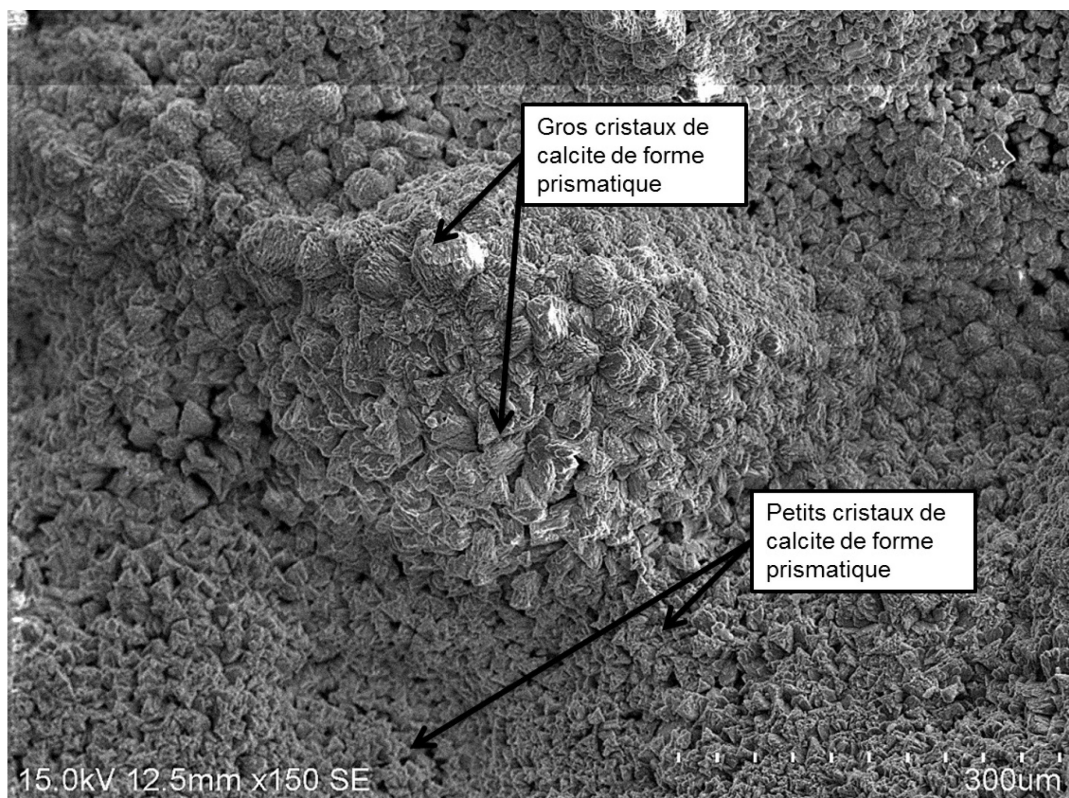
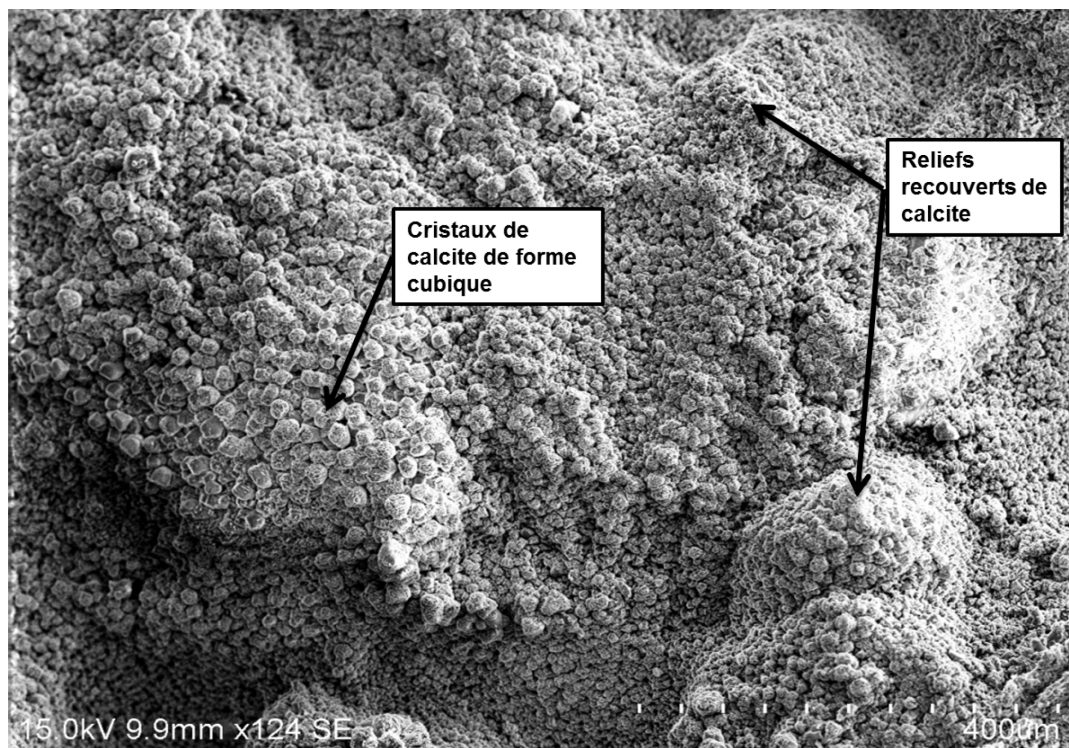


Figure 7-6. Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec billes de ciment.

Des formations plus en relief de calcite sont observées (Figure 7-7) indiquant une épaisseur importante de la couche de cicatrisation.

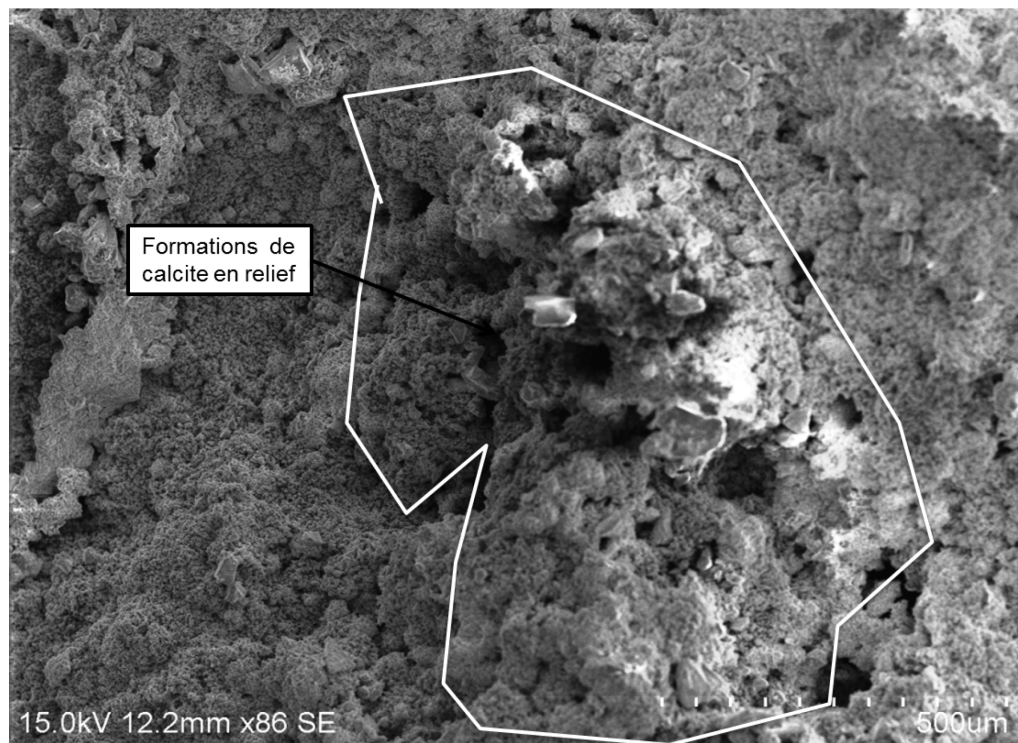


Figure 7-7. Formations de calcite en relief observées au MEB dans les fissures cicatrisées des mortiers avec des billes de ciment.

Mortiers avec les billes de ciment et agent expansif (CEAB)

L'observation au MEB, des produits formés dans les fissures cicatrisées des mortiers contenant les billes de ciment avec agent expansif, avec leurs deux classes de tailles et les deux taux d'introduction, montre, à nouveau, une couche très compacte de calcite. La Figure 7-8 montre un exemple de l'aspect visuel typique de la couche de cristaux de calcites. Pour ces mortiers également, la forme et la taille des cristaux de calcite varient (photo du haut). Sur certaines régions des parois internes de fissures des amas, en forme de boules, de petits cristaux de calcite sont observés (photo du bas).

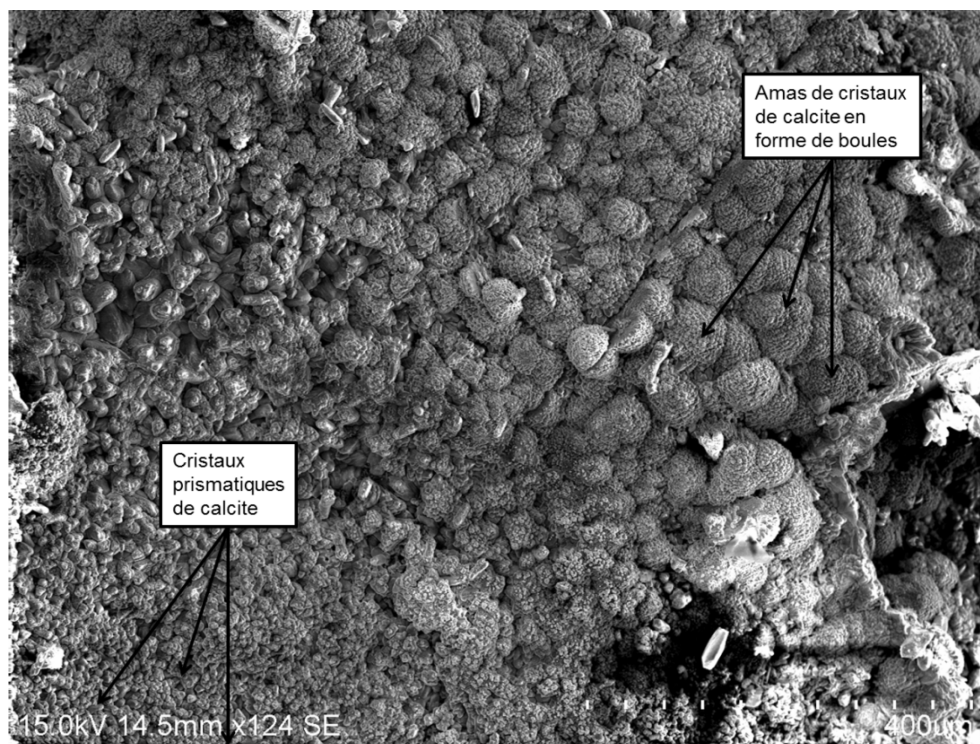


Figure 7-8. Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec billes de ciment et agent expansif.

La Figure 7-9 montre l'aspect sous un grossissement plus faible de la surface interne des fissures cicatrisées. La couche de calcite paraît moins homogène et elle présente des formations en relief qui, à nouveau, démontre l'existence d'une épaisseur de cicatrisation importante.

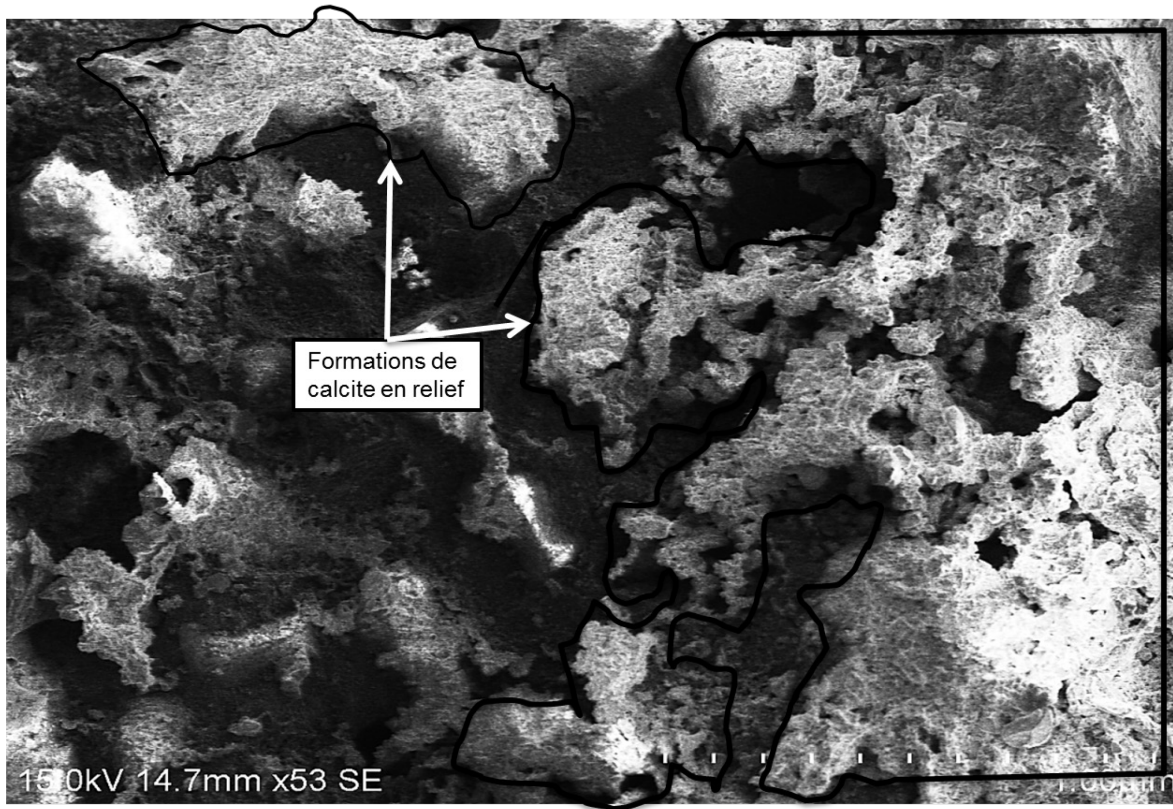


Figure 7-9. Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec billes de ciment et agent expansif.

Des aiguilles d'étringite sont observées à quelques reprises vers les centres des surfaces internes des fissures cicatrisées. Elles sont mélangées aux cristaux de carbonates de calcium (Figure 7-10).

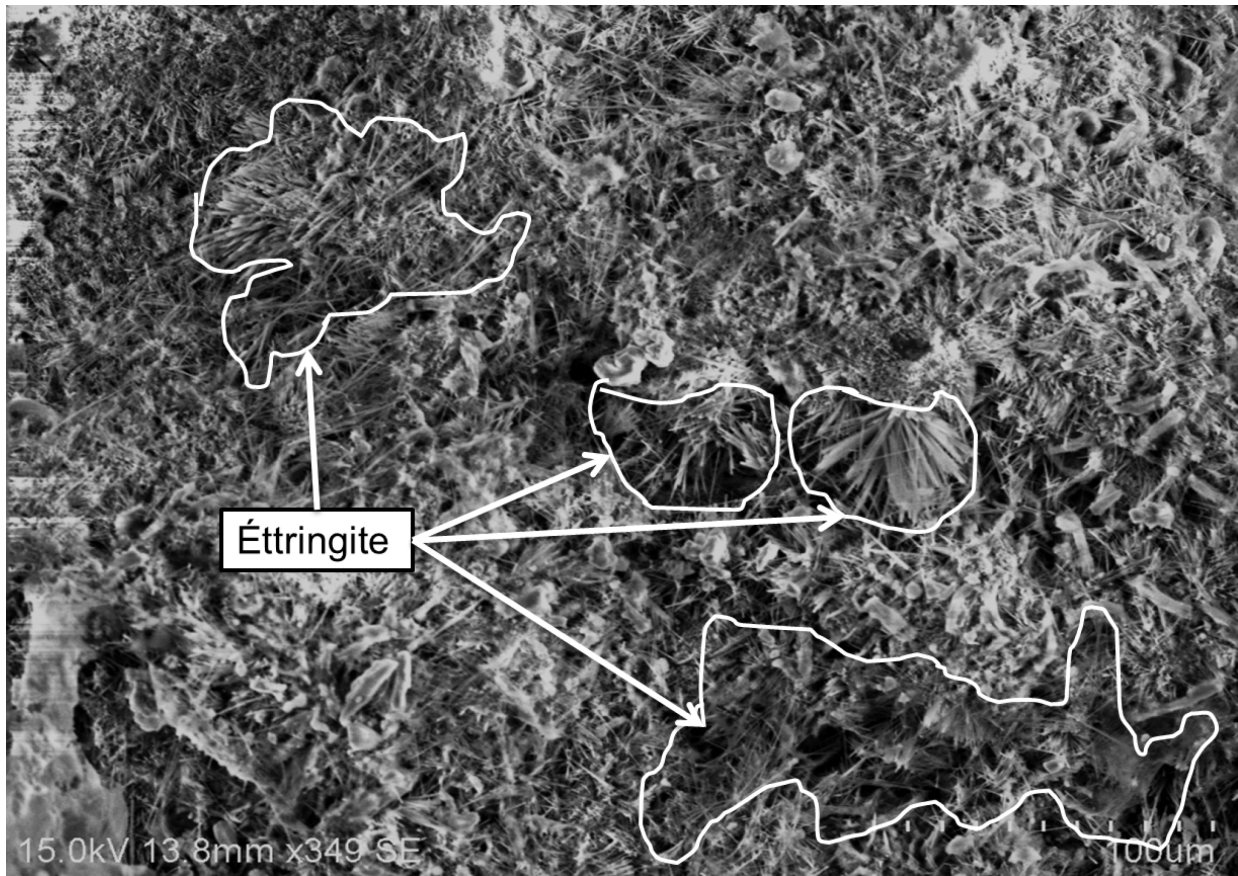


Figure 7-10. Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec billes de ciment avec agent expansif- Étringite.

Mortiers avec les billes de cendres volantes de biomasse (KFAB)

Les fissures cicatrisées des mortiers contenant les billes de cendres volantes de biomasse montrent elles aussi une formation de calcite. La taille des cristaux de calcite est petite mais la couche formée, est homogène (Figure 7-11). La Figure 7-12 montre une couche d'étringite, mélangée aux cristaux de calcite qu'on peut souvent observer vers le centre des surfaces internes des fissures.

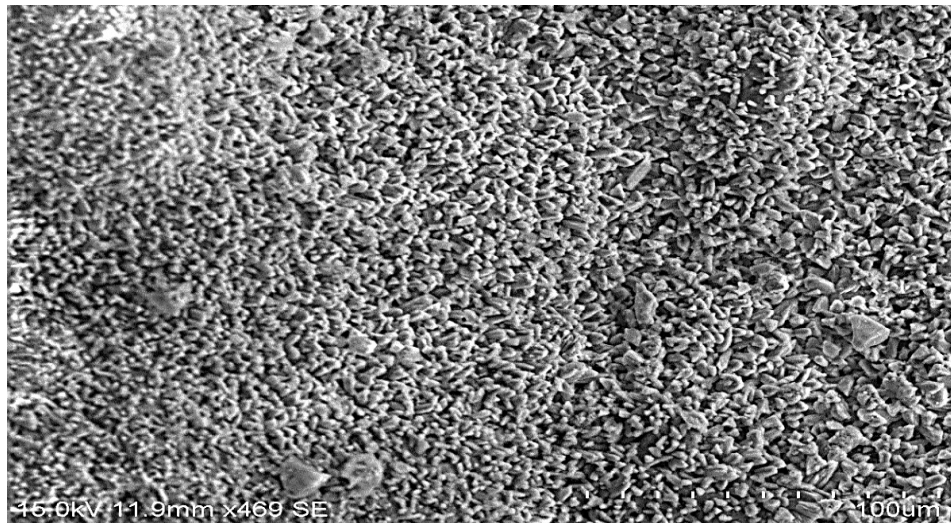


Figure 7-11. Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec les billes de cendres volantes de biomasse (KFAB)

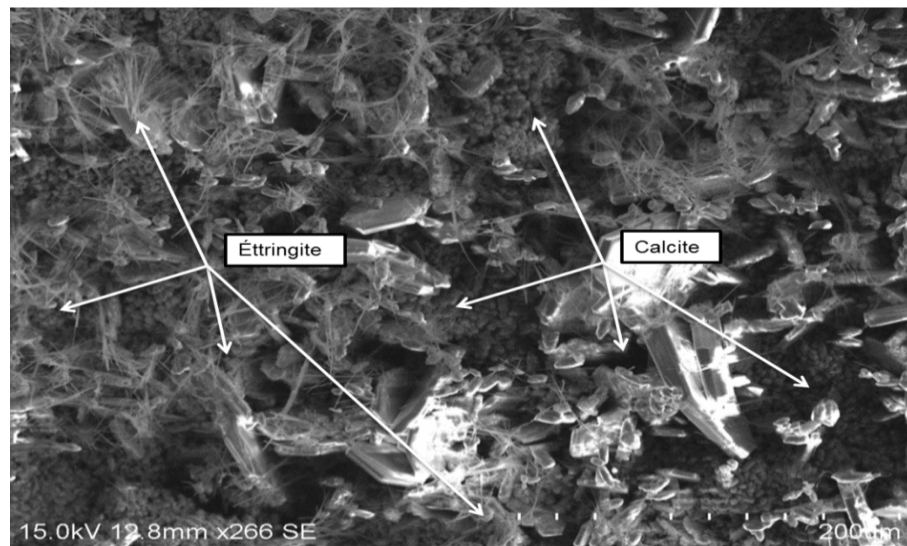


Figure 7-12. Observations au MEB des fissures cicatrisées des mortiers avec les billes de cendres volantes de biomasse (KFAB)

7.2 Discussion des résultats du la phase III : Effet de l'introduction de billes de réactif sur la cinétique et le potentiel d'autocicatrisation

Les résultats du chapitre 5 ont montré que la disponibilité de ciment anhydre dispersé dans la matrice cimentaire n'a aucune efficacité quant à la l'augmentation du potentiel d'autocicatrisation. Ils ont également complété les résultats de Argouges et Gagné (Argouges and Gagné 2010; Argouges 2010) qui montrent que l'âge de fissuration et le rapport Eau/Ciment n'ont pas d'effet sur la cinétique et le potentiel d'autocicatrisation des mortiers fissurés. Les résultats du CHAPITRE 6 ont montré que l'ajout de réactifs riches en chaux libre augmente la teneur en portlandite et améliore le potentiel d'autocicatrisation.

L'augmentation de la teneur en portlandite propriétés mécaniques et leur durabilité. La granulation de ciment et des autres réactifs internes (agent expansif ou cendres volantes de biomasse) permet d'une part de préserver les réactifs (ciment anhydre, ions calcium) jusqu'à l'ouverture de la fissure. D'autre part, elle permet d'éviter une augmentation de la teneur en portlandite de la matrice cimentaire et par conséquent préserver ses propriétés.

Le diagramme présenté par la Figure 7-13 montrent la cinétique d'évolution des épaisseurs apparentes de cicatrisation des différents mortiers contenant les réactifs granulés. La Figure 7-14 montre l'évolution des taux apparents de cicatrisation correspondants. Les graphiques permettent de visualiser l'efficacité de chacun des granulés utilisés dans cette phase ainsi que l'effet de la taille des granules et du taux d'introduction.

Les graphiques montrent tout d'abord, que les mortiers contenant les billes de ciment (CB) ou les billes de ciment avec agent expansif (CEAB) présentent ont des capacités d'autocicatrisation visiblement supérieures à celle du mortier témoin (Control).

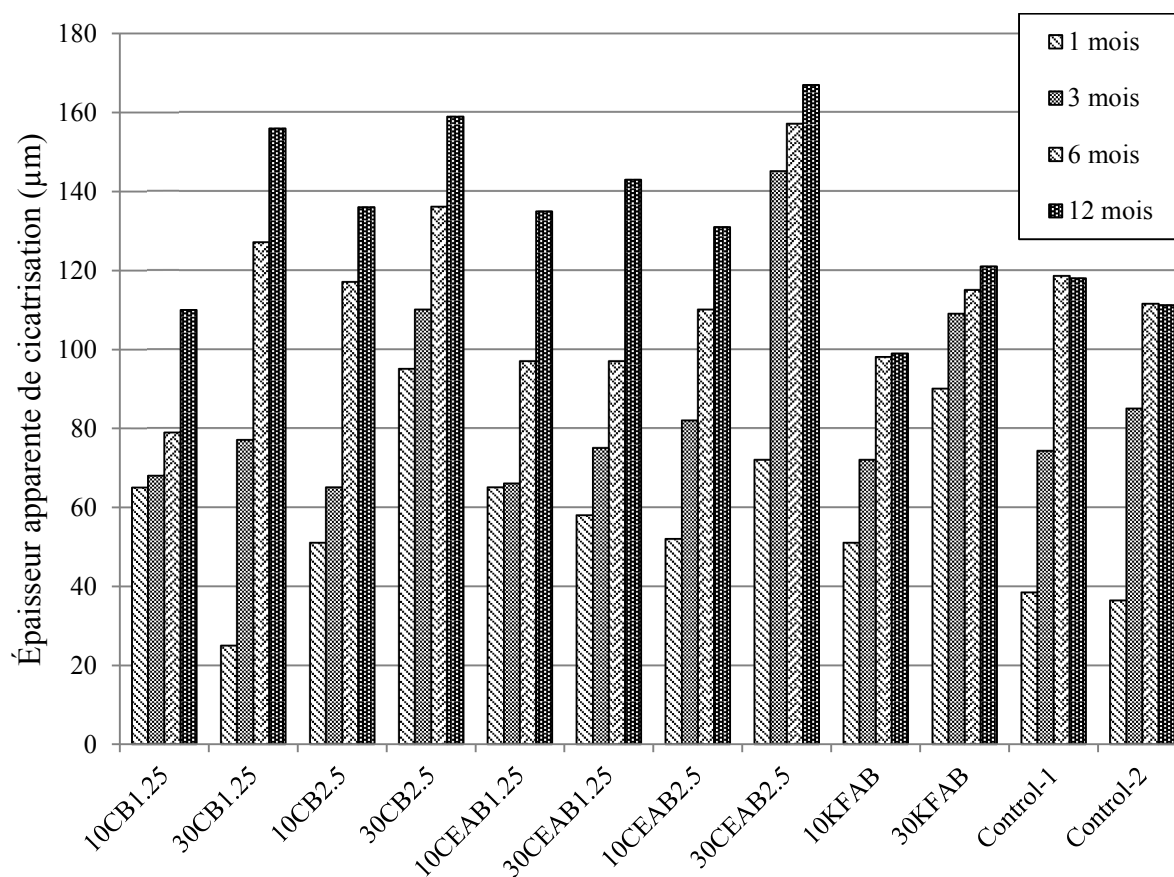


Figure 7-13. Cinétique d'évolution de l'épaisseur apparente de cicatrisation des mortiers de la phase III.

Pour les billes de ciment (CB) aucun effet de taille sur le potentiel d'autocicatrisation n'est observé pour le taux d'introduction de 30 %. En revanche, pour taux de 10%, les billes de classe 2.5 ont montré un potentiel d'autocicatrisation plus important.

Un effet léger du taux d'introduction de billes est observé. En effet, différence entre les capacités d'autocicatrisation des mortiers contenant 30% de billes et des mortiers contenant 10% de billes n'est pas importante malgré que ces derniers contiennent trois fois moins de billes. Un taux d'introduction de 10% est donc suffisant pour obtenir une augmentation maximale du potentiel d'autocicatrisation d'une fissure de l'ordre de 200 µm.

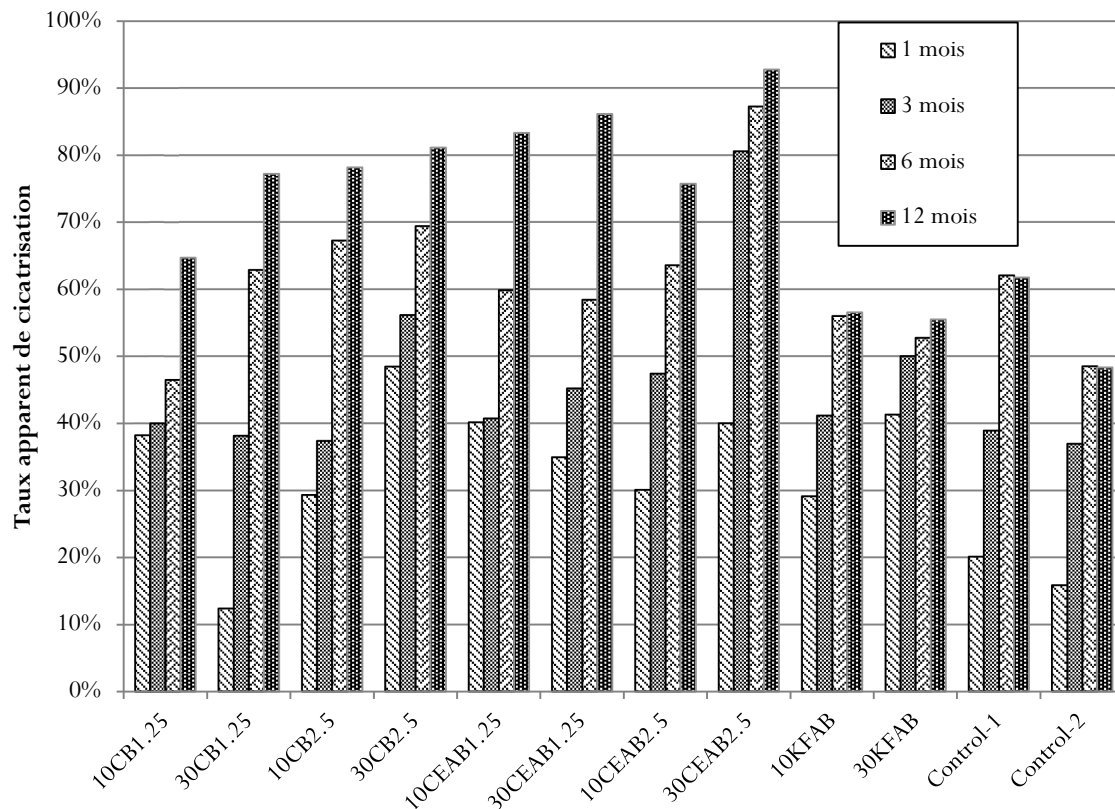


Figure 7-14. Cinétique d'évolution des taux apparents de cicatrization des mortiers de la phase III.

Concernant les billes de ciment avec agent expansif. Les deux mortiers contenant des billes de classe 1.25 avec deux taux d'introduction différents ont montré des capacités d'autocicatrisation comparables. En revanche, pour la classe de taille 2.5, le mortier qui contient 30% de billes a une capacité d'autocicatrisation plus importante.

À nouveau, pour ce type de billes, une augmentation de trois fois de la quantité de billes introduite n'a pas eu un effet important sur le potentiel d'autocicatrisation. Là aussi, on peut conclure qu'un taux d'introduction de 10% est suffisant pour maximiser la capacité d'autocicatrisation.

L'agent expansif (EA) est composé principalement de chaux vive (58%). L'analyse thermogravimétrique (ATG) d'une pâte de ciment contenant 10% de (EA) (remplacement de ciment) montre qu'à 7 jours, elle contient 31% plus de portlandite par rapport à une pâte témoin (Tableau 7-5).

Tableau 7-5. Teneur en portlandite et calcite des pâtes de ciment témoin et 10% EA à 7 jours

	E/C	Ca(OH) ₂
Témoin	0,485	15,9%
10% EA	0,485	20,8%

Les billes de réactif qui contiennent l'agent expansif ont une plus grande réserve en réactifs (ions calcium). Ils doivent par conséquent avoir une capacité plus importante à augmenter le potentiel d'autocicatrisation. Cependant les potentiels d'autocicatrisation des deux types de billes (CB et CEAB) sont comparables.

L'explication possible pour ce constat est que les fissures étudiées sont trop fines pour montrer l'efficacité réelle des billes de ciment et agent expansif (CEAB). Pour la classe des fissures étudiées (150 µm à 200 µm) la contribution des billes de ciment (CB) est suffisante.

L'introduction des billes de cendres volantes de biomasse (KFAB), pour les deux taux étudiés, n'a pas un effet positif sur le potentiel de récupération des mortiers fissurés sauf pour le premier mois d'autocicatrisation. En effet, les épaisseurs apparentes des couches de cicatrisation formées le premier mois dans les fissures des mortiers 10KFAB et 30KFAB sont respectivement 51 µm et 90 µm (respectivement, 36% et 140% sup. au mortier témoin).

Les billes de cendres volantes de biomasse utilisées (KFAB) contiennent seulement 4% de chaux libre qui vont contribuer au processus de cicatrisation par carbonatation au début de la période de conservation dans la chambre humide. Une fois la réserve en ions calcium des KFAB est épuisée, le potentiel d'autocicatrisation redevient comparable à celui du mortier témoin.

7.3 Conclusions sur les résultats de la phase III: Effet de l'introduction de billes de réactif sur la cinétique et le potentiel d'autocicatrisation

Globalement, les billes de ciment (CB) et les billes de ciment et agent expansif (CEAB) avec les deux tailles de granules semblent améliorer visiblement la capacité d'autocicatrisation des mortiers. Les taux de cicatrisation obtenus sont supérieurs à 65% pour les billes de ciment et supérieurs à 76% pour les billes de ciment avec agent expansif.

L'introduction de ces billes modifie également la cinétique d'autocicatrisation. En effet contrairement au mortier témoin, l'autocicatrisation continue après les 6 premiers mois de conservation.

Les observations des fissures cicatrisées des mortiers contenant les CB et les CEAB ont montré que les produits de cicatrisation sont principalement des carbonates de calcium. La contribution des billes est donc d'activer le mécanisme d'autocicatrisation par carbonatation en fournissant les réactifs nécessaires (ions calcium).

Les billes de ciment avec agent expansif (CEAB) ont une teneur en portlandite plus importante. Elles montrent une capacité d'amélioration du potentiel d'autocicatrisation comparable à celle des billes de ciment (CB). L'explication probable pour ce constat est que les fissures étudiées sont trop fines pour montrer l'efficacité réelle des billes de ciment et agent expansif (CEAB). Pour la classe des fissures étudiées (150 μm à 200 μm) la contribution des billes de ciment (CB) est suffisante.

Les mortiers avec les plus grands taux d'incorporation de billes de réactifs CB et CEAB ont montré des épaisseurs apparentes finales de cicatrisation plus importantes que les mortiers avec les taux d'incorporation plus faibles (10%). Toutefois, la différence n'est pas très importante et il est possible d'affirmer qu'un taux d'introduction de 10% est suffisant pour maximiser la capacité d'autocicatrisation.

Concernant les billes de cendres volantes de biomasse (KFAB), aucun effet sur le potentiel d'autocicatrisation à 12 mois n'est observé.

CHAPITRE 8

RÉSULTATS DE LA PHASE IV : ÉTUDE DE L'EFFET DES MICRO-GRANULATS DE VERRE RÉACTIFS SUR LE POTENTIEL D'AUTOCICATRISATION DES MORTIERS FISSURÉS

Ce chapitre présente les résultats des essais ayant pour objectifs d'étudier l'éventuelle cicatrisation des fissures des mortiers par formation de gel silico-calcaire alcalin. Des micro-granulats de verre sont introduits dans des mortiers dans le but de produire une réaction alcali-silice contrôlée. Cette phase du projet est composée de trois sous phases :

La réactivité des micro-granulats de verre dans le mortier et dans des conditions choisies pour l'étude (chambre humide : 23°C, 100% H.R) est d'abord testée (phase IV-I). Trois mortiers sont formulés avec introduction de micro-granulats de verre en remplacement du sable selon un taux de remplacement de 10%.

Pour la sous phase suivante (IV-II), deux mortiers sont formulés avec introduction de micro-granulats de verre MGV 160 et MGV 630 en remplacement du sable selon un taux de remplacement de 30%. Les éprouvettes fissurées sont immergées dans une solution d'hydroxyde de sodium avec une concentration de 1 mol.l⁻¹ (S[1 M]) pendant 24 heures après chaque mesure de débit d'air. Les éprouvettes sont ensuite placées dans la chambre humide jusqu'à l'échéance suivante. Deux échantillons du mortier témoin sont également fissurés et ont subi le même traitement afin d'étudier l'effet de celui-ci sur l'autocicatrisation naturelle.

La dernière partie de cette phase (IV-III) a pour objectif de tester la réactivité des micro-granulats de verre activés par de la chaux vive (présente dans l'agent expansif (EA)) dans les conditions choisies pour l'étude (23°C, 100% H.R). L'EA est introduit en remplacement du

ciment (avec un taux de 10%) dans deux mortiers : un mortier avec 30% de MGV160 et un mortier avec 30% de MGV630. Tous les mortiers sont fissurés à l'âge de 28 jours.

8.1 Résultats des essais d'autocicatrisation des mortiers de la phase IV

Le Tableau 8-1 regroupe l'ensemble des résultats obtenus du suivi de l'autocicatrisation des mortiers de la phase IV. Il présente les mesures de débit d'air pour les différentes échéances de suivi de l'autocicatrisation. Les ouvertures apparentes calculées à partir des mesures de débit d'air sont également regroupées dans le tableau. La dernière colonne présente les épaisseurs apparentes finales de cicatrisation.

Tableau 8-1. Résultats des essais de mesure de débit d'air et des ouvertures apparentes calculées des fissures des mortiers de la phase IV du projet.

Échantillon	Mesure optique de l'ouverture, W _o (µm)	Débit d'air (L/min)					Ouverture apparente W _a (µm)					E _a (µm)
		Temps de cicatrisation (mois)					Temps de cicatrisation (mois)					
		0	1	3	6	12	0	1	3	6	12	
Control-1	193	9,80	7,00	4,22	1,72	-	191	153	117	72	-	119
Control-2	216	14,1	11,0	6,37	4,35	4,36	230	194	145	118	118	111
MGV160	270	19,4	13,0	13	9,64	7,48	271	214	211	181	157	114
MGV160	192	13,35	7,98	5,59	3,61	-	224	163	135	107	-	117
MGV315	216	14,8	10,5	9,5	7,8	5,89	236	198	179	161	139	97
MGV315	185	13,5	9,15	8,32	6,19	-	225	176	167	143	-	82
MGV630	217	12,5	8,81	7,34	4,5	4,06	216	172	156	121	114	102
MGV630	190	9,8	4,36	3,08	2,45	-	191	119	99	88	-	103
Control-S	201	9,91	8,43	7,48	6,21	5,88	192	177	167	152	148	44
Control-S	241	13,2	12,5	11,8	11,3	10,5	223	216	210	206	198	25
MGV160-S	228	14,6	12,5	9,11	8,48	7,64	234	216	184	178	168	66
MGV160-S	216	9,53	7,38	6,34	4,97	4,73	189	166	153	136	136	53
MGV630-S	202	13,2	10,3	10,0	9,86	9,63	223	196	193	191	189	34
MGV630-S	262	13,4	12,5	8,47	7,82	7,15	224	216	177	171	163	61
MGV160-E	238	12,3	8,37	7,46	4,66	3,63	215	176	166	132	116	99
MGV160-E	158	6,74	4,40	2,44	1,15	0,93	159	128	96	67	60	99
MGV630-E	193	13,2	10,6	5,42	2,33	2,10	223	199	142	94	89	134
MGV630-E	216	12,9	11,3	7,32	4,66	4,23	249	205	165	132	125	124

8.1.1 Résultats des essais d'autocicatrisation des mortiers de la Phase IV-I : Effet de l'ajout des micro-granulats de verre

8.1.1.1 Cinétique d'autocicatrisation des mortiers contenant les micro-granulats de verre

La Figure 8-1 présente l'évolution des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10MGV160 en fonction du temps de conservation. Globalement, ce mortier a montré une cinétique de cicatrisation semblable à celle du mortier témoin. La diminution des ouvertures apparentes est toujours plus rapide le premier mois de conservation. Elle est de 57 μm et 61 μm pour des fissures ayant des ouvertures apparentes initiales respectives de 271 μm et 224 μm . La variation des ouvertures apparentes devient moins rapide entre 1 et 6 mois. Tout comme le mortier témoin, aucune variation des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10MGV160 n'est observée entre 6 et 12 mois. Au final, les diminutions respectives des ouvertures apparentes sont de 114 μm et de 117 μm . Ces valeurs sont comparables à celles du mortier témoin (118 μm et 111 μm).

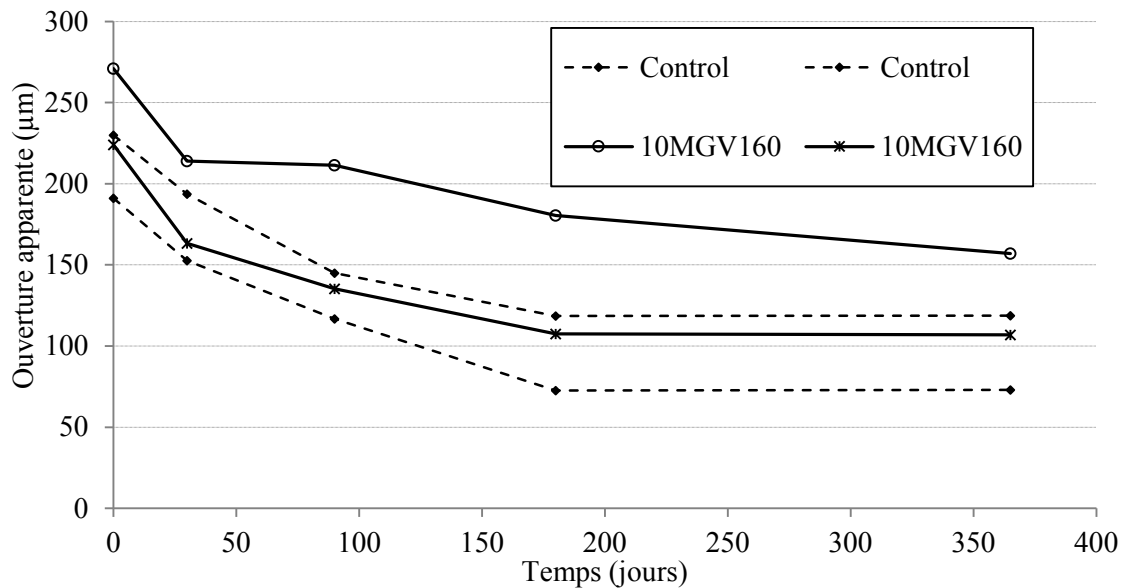


Figure 8-1. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10MGV160 fissuré à 28 jours.

La Figure 8-2 présente les variations, avec le temps, des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10MGV315. À nouveau, ce mortier présente une cinétique d'autocicatrisation comparable à celle du mortier témoin. Les ouvertures apparentes des deux fissures diminuent rapidement le premier mois. La diminution est de 38 μm pour la fissure ayant une ouverture initiale de 236 μm et elle est de 49 μm pour la fissure dont l'ouverture initiale est de 225 μm . La diminution des ouvertures apparente se poursuit entre 1 et 6 mois avec un rythme plus modéré. Elle se stabilise pour la petite fissure entre 6 et 12 mois. Une légère diminution est observée sur l'ouverture apparente de la grosse fissure pour cette même période. Les diminutions finales obtenues sont de 97 μm pour la grosse fissure et de 82 μm pour la petite fissure.

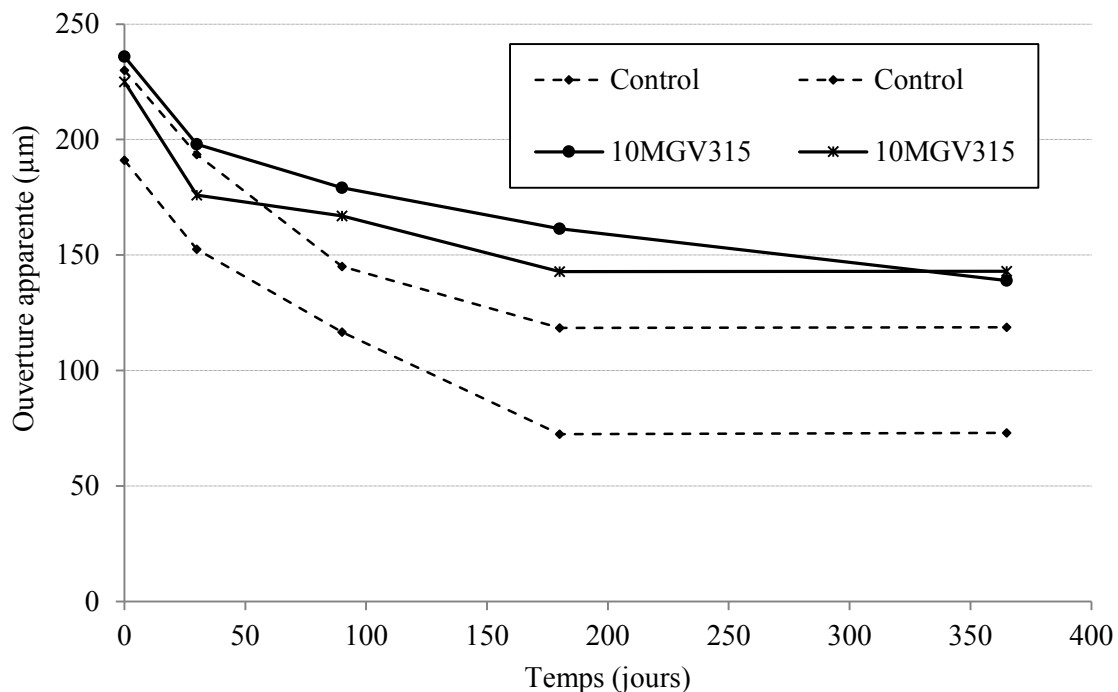


Figure 8-2. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10MGV315 fissuré à 28 jours

Les variations avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10MGV630 sont présentées par la Figure 8-3. Pour ce mortier également, la cinétique de variation des ouvertures apparentes est semblable à celle du mortier témoin. En effet, les fissures voient leurs ouvertures apparentes diminuer rapidement le premier mois (diminution de 44 μm pour la grosse fissure et de 72 μm pour la petite fissure). La diminution se poursuit en devenant plus modérée entre 1 et 3 mois de conservation. Elle se stabilise ensuite entre 6 et 12 mois. Les diminutions totales, à 12 mois de conservation, sont de 102 μm et 103 μm .

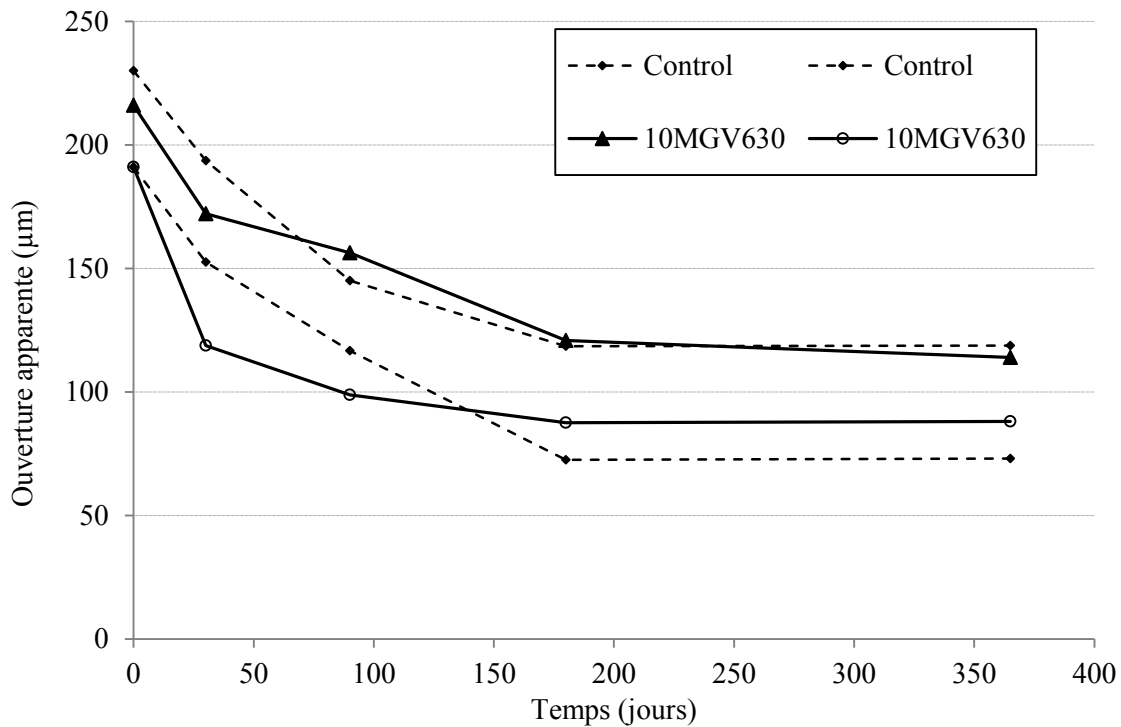


Figure 8-3. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10MGV630 fissuré à 28 jours

Le Tableau 8-2 reprend les épaisseurs apparentes de produits de cicatrisation formés dans les fissures des mortiers incorporant les micro-granulats de verre à la fin des essais d'autocicatrisation. Il présente également les taux apparents de cicatrisation à 12 mois.

Les épaisseurs apparentes de cicatrisation des tous les échantillons avec des micro-granulats de verre sont comparables. Elles ont toutes une valeur proche de 100 μm comparable à celles du mortier témoin. Ces résultats montrent que l'incorporation des micro-granulats de verre n'a pas d'effet sur l'évolution de l'autocicatrisation.

Tableau 8-2. Épaisseurs apparentes moyennes et taux apparents moyens de cicatrisation des mortiers avec les micro-granulats de verre

Échantillon	10MGV160		10MGV315		10MGV630		Control	
Ouverture apparente initiale (μm)	271	224	236	225	216	191	191	230
Ouverture apparente finale (μm)	191	107	117	143	73	88	73	119
Épaisseur apparente de cicatrisation (μm)	114	117	97	82	102	103	118	111
Taux apparent de cicatrisation (%)	42	52	41	36	47	54	62	48

8.1.1.2 Observation de la microstructure des mortiers autocicatrisés contenant des micro-granulats de verre

L'observation au MEB des fissures des mortiers avec les micro-granulats de verre a montré que, comme les échantillons témoins, les parois des fissures sont colonisées par des cristaux de calcite (photos a, d et g de la Figure 8-4). Aucun gel expansif n'a été détecté dans les fissures, ni à l'intérieur des mortiers. Les granulats de verre dans les fissures et à l'intérieur de la matrice restent intacts (photos b, e, et h de la Figure 8-4). L'observation des surfaces polies des morceaux des trois mortiers prélevés de l'intérieur des éprouvettes a également confirmé l'absence de gel alcali-silice autour des micro-granulats de verre. Dans un mortier ordinaire composé de ciment GU, d'eau et de sable d'Ottawa et conservé dans les conditions choisies pour l'étude (23°C, 100% H.R), la réaction alcali silice des micro-granulats de verre ne se produit pas. Ces premiers résultats suggèrent que les micro-granulats de verre ne semblent pas réagir avec la matrice cimentaire. Ils n'ont pas pu participer aux mécanismes d'autocicatrisation en formant du gel qui aurait pu contribuer au colmatage des fissures.

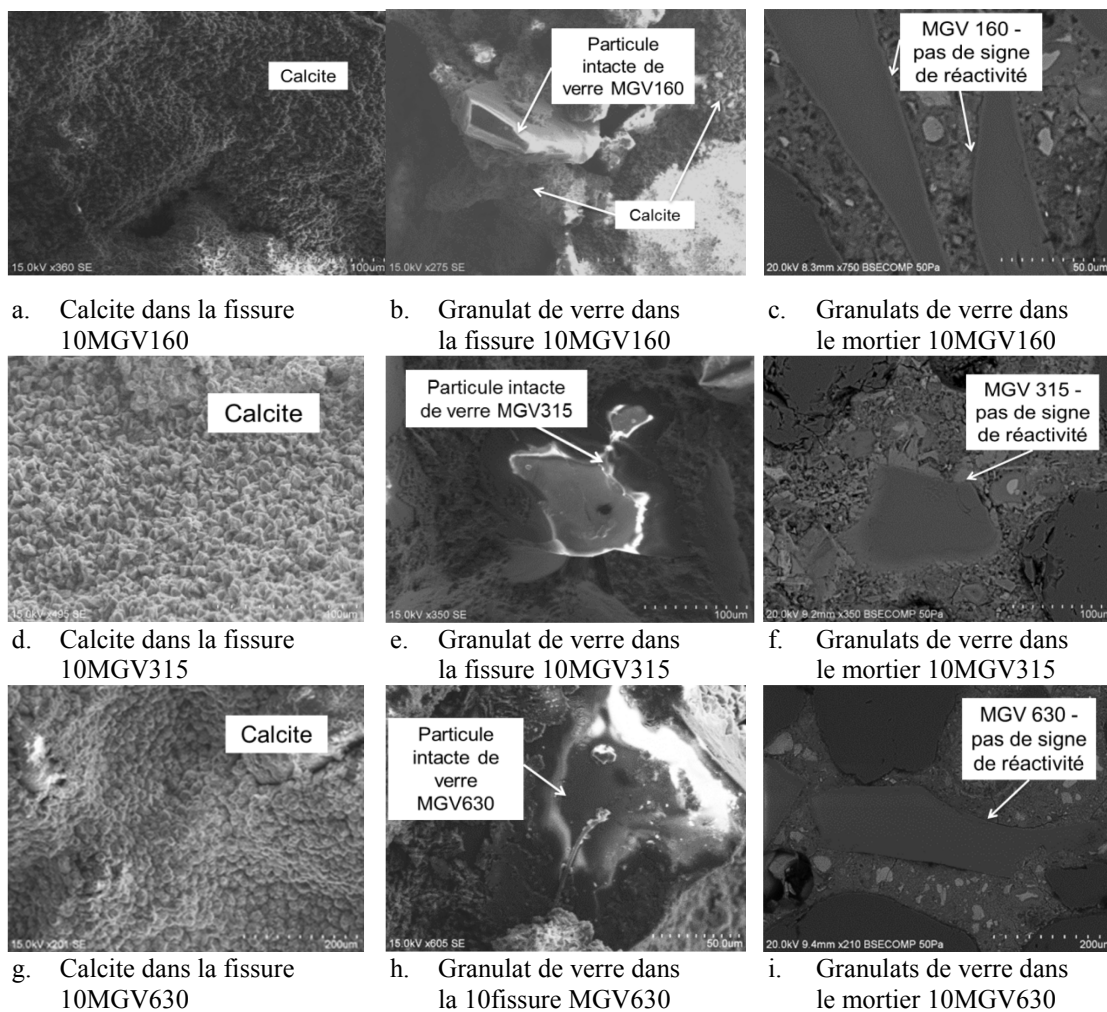


Figure 8-4. Observations MEB des mortiers contenant des micro-granulats de verre fissurés et cicatrisés

8.1.2 Résultats des essais d'autocicatrisation des mortiers de la Phase IV-II : Effet de l'ajout des micro-granulats de verre activés par NaOH

8.1.2.1 Cinétique d'autocicatrisation des mortiers contenant les micro-granulats de verre activés par NaOH

Mortier témoin immergé dans la solution S[1M]

La Figure 8-5 présente l'évolution des ouvertures apparentes des fissures du mortier Control-S, en la comparant à celle du mortier témoin (Control). Les deux fissures du mortier Control-S ont des ouvertures initiales comparables à celle du mortier témoin. Les courbes du mortier Control-S sont presque horizontales démontrant ainsi une diminution très faible des ouvertures apparentes tout au long de la période de l'étude. À la fin des 12 mois de conservation dans la chambre humide l'ouverture apparente de la fissure, ayant une ouverture initiale de 192 μm , diminue de 44 μm . Soit 63% moins que la fissure du mortier Control ayant une ouverture apparente initiale similaire. La fissure ayant une ouverture apparente initiale de 223 μm a montré une diminution moins importante de seulement 25 μm , soit 77% moins que la fissure du mortier Control ayant une ouverture apparente initiale comparable. Le traitement, par la solution S[1M], du mortier témoin a manifestement affecté négativement l'autocicatrisation naturelle.

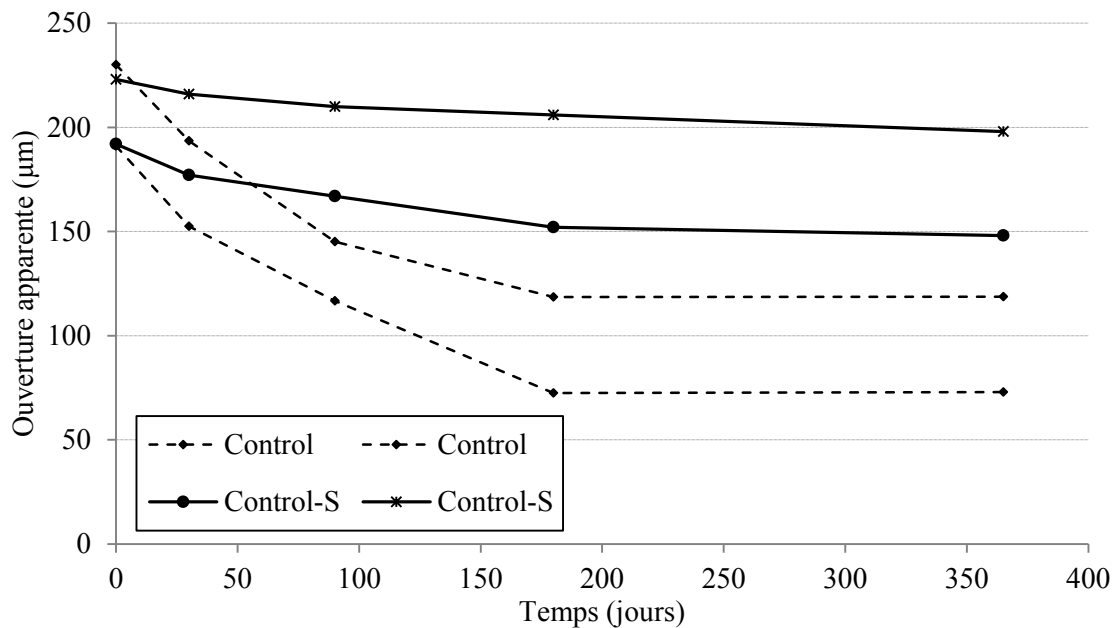


Figure 8-5. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier Control-S fissuré à 28 jours.

Mortier 30MGV160-S

La Figure 8-6 montre que le mortier 30MGV160-S aussi a montré une cinétique d'autocicatrisation ralentie comparée à celle du mortier 10MGV160 non traité par la solution S[1M]. La diminution des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV160-S est moins importante que celle du mortier 10MGV160 pendant le premier mois de conservation. En moyenne, elle est de 21 μm contre 59 μm . La cicatrisation des fissures se poursuit entre 1 et 6 mois, mais avec un rythme très faible. Comme pour le mortier 10MGV160, la diminution est pratiquement nulle entre 6 et 12 mois de conservation. Au total l'ouverture apparente de la petite fissure diminue de 53 μm , celle de la fissure plus large est de 66 μm .

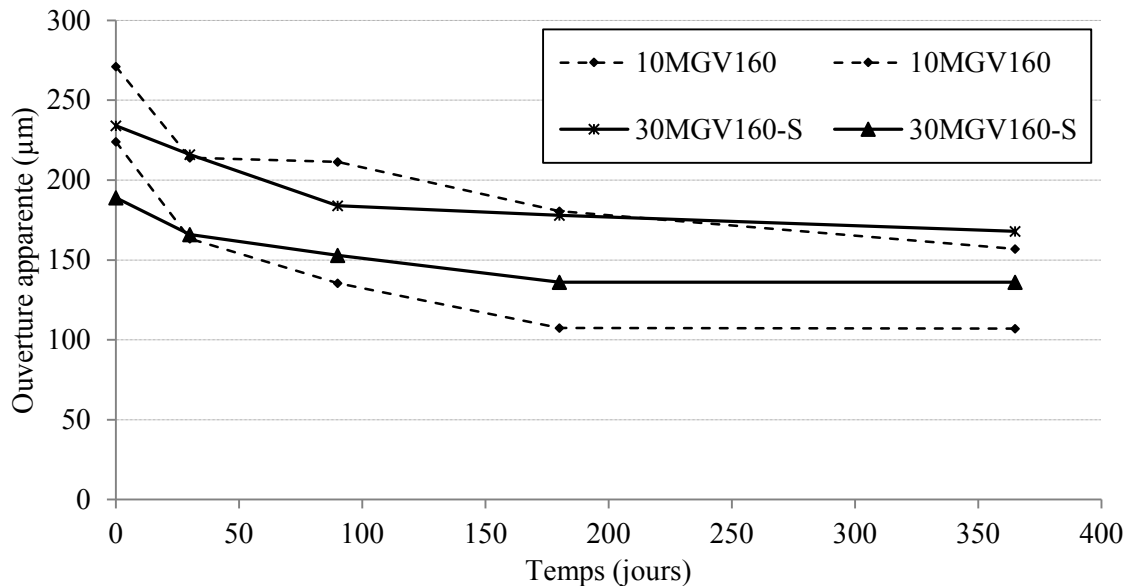


Figure 8-6. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV160-S fissuré à 28 jours

Mortier 30MGV630 trompé dans la solution S[1M]

Le mortier 30MGV630-S a également montré une faible cicatrisation comparé au mortier 10MGV160. La Figure 8-7 montre que les ouvertures apparentes des deux fissures étudiées diminuent très peu au début de la période de suivi (0-1 mois pour une fissure et 0-3 mois pour l'autre). Ensuite, la variation devient très faible. La diminution totale des ouvertures

apparentes après les 12 mois de conservation dans la chambre humide est de 34 μm et 61 μm . Cette diminution est 2 à 3 fois plus faible que celle du mortier témoin (Control).

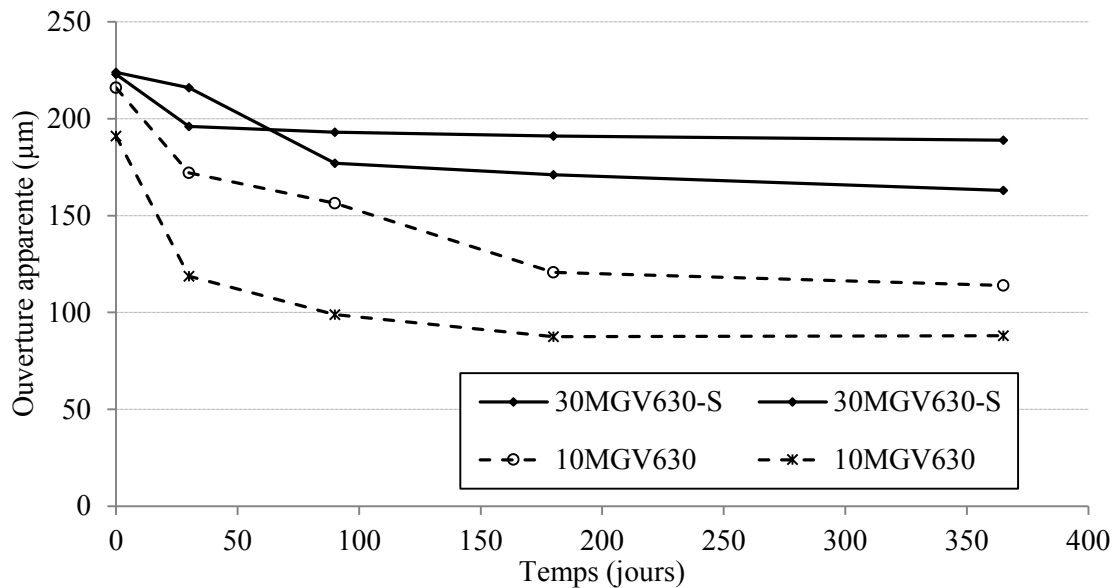


Figure 8-7. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV630-S fissuré à 28 jours

Le Tableau 8-3 présente les ouvertures apparentes initiales et finales des trois mortiers qui ont été immergés dans la solution S[1M]. Il présente également les épaisseurs apparentes finales de cicatrisation ainsi que les taux apparents de cicatrisation. L'analyse de ce tableau montre que les trois mortiers qui ont subi le traitement par la solution S[1M] ont des épaisseurs apparentes de produits de cicatrisation et des taux apparents de cicatrisation 2 à 3 fois plus faibles que ceux du mortier témoin.

L'immersion du mortier témoin dans la solution S[1M] a un effet négatif sur l'autocicatrisation des fissures. Elle diminue considérablement l'épaisseur apparente des couches de cicatrisation et par conséquent les taux apparents de cicatrisation. Le traitement ne semble pas non plus favoriser l'autocicatrisation des fissures des mortiers contenant les micro-granulats de verre. Il est possible que l'immersion des mortiers dans la solution S[1M] ralentisse l'autocicatrisation naturelle de ces mortiers (autocicatrisation due à la carbonatation).

Tableau 8-3. Épaisseurs apparentes et taux apparents de cicatrisation des mortiers immergés dans la solution S[1M] et fissurés à 28 jours

Échantillon	Control-S		30MGV160-S		30MGV630-S		Control	
Ouverture apparente initiale (µm)	192	223	215	159	223	224	191	230
Ouverture apparente finale (µm)	148	198	168	136	189	163	73	119
Épaisseur apparente de cicatrisation (µm)	44	25	47	23	34	61	118	111
Taux apparent de cicatrisation (%)	23	11	22	14	15	27	62	48

8.1.2.2 Observation de la microstructure des mortiers autocicatrisés contenant des micro-granulats de verre activés par NaOH

L'observation au MEB des surfaces des fissures du mortier Control-S montre l'existence d'une couche de cristaux de calcite. La formation de calcite apparaît moins épaisse dans les fissures de ce mortier comparé au mortier témoin (Figure 8-8). Le traitement appliqué au mortier a affecté le processus de carbonatation dans les fissures. En effet, la formation de calcite s'est produite mais les cristaux formés sont beaucoup plus fins et beaucoup moins abondants, ce qui s'est traduit par une épaisseur de produits de cicatrisation faible.

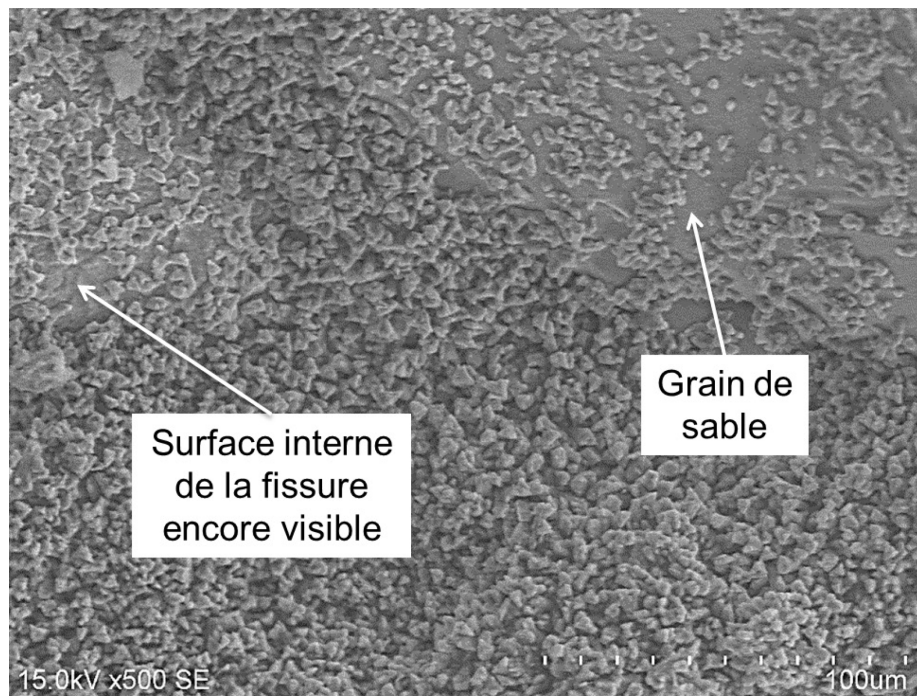


Figure 8-8. Cristaux de calcite observés au MEB sur la surface d'une fissure cicatrisée du mortier Control-S

En revanche, l'observation au MEB des fissures des mortiers avec les micro-granulats de verre montre une microstructure différente des produits qui se sont formés dans les fissures. Les photos de la Figure 8.9 montrent qu'un produit expansif a été détecté dans les fissures à plusieurs endroits. Ce produit a l'apparence d'un gel expansif qui s'est desséché et s'est craquelé. Il s'agit de l'aspect typique du gel silico-calcaire alcalin.

Le gel expansif est souvent trouvé couvert et/ou mélangé avec des aiguilles d'étringite (2 photos du haut de la Figure 8-9) ou bien avec des cristaux de calcite (2 photos du milieu de la Figure 8-9). Parfois il est possible de détecter du gel expansif seul (2 photos du bas de la Figure 8-9). La répartition de ces trois cas de figure sur la surface interne des fissures est aléatoire. Les cristaux de carbonates de calcium observés sont parsemés sur les parois de la fissure et la quantité totale de calcite formée n'est pas importante.

En balayant toute la surface des fissures du mortier 30MGV160-S, aucun micro-granulat de verre intact n'a été observé. Il y a donc une confirmation d'un début de réaction alcali-silice due à l'immersion dans la solution S[1M].

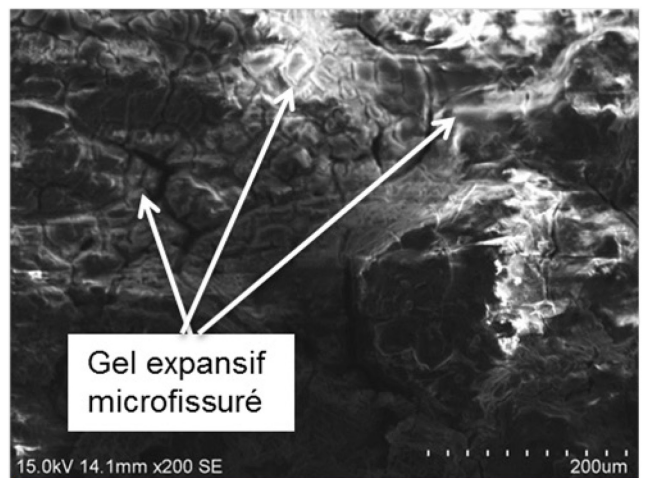
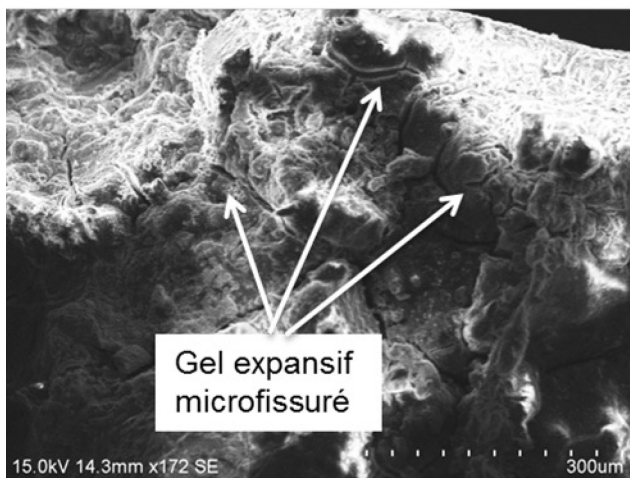
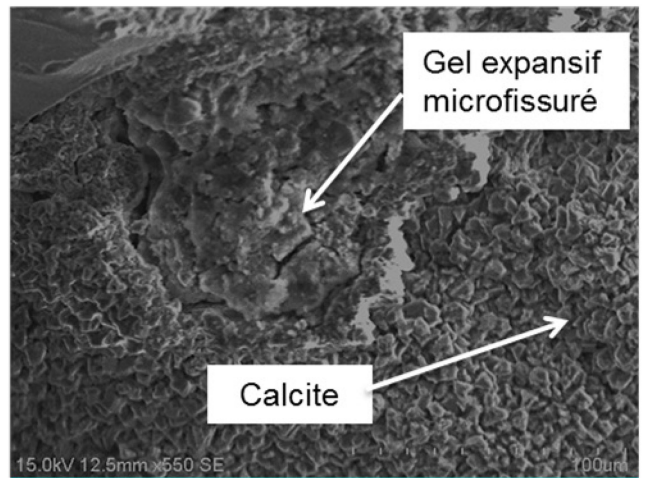
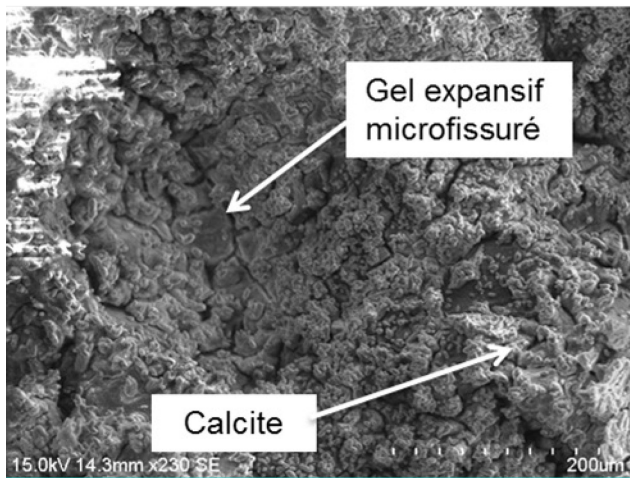
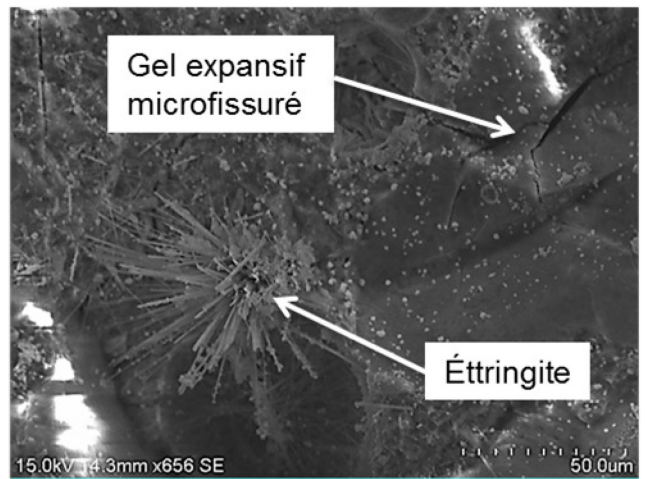
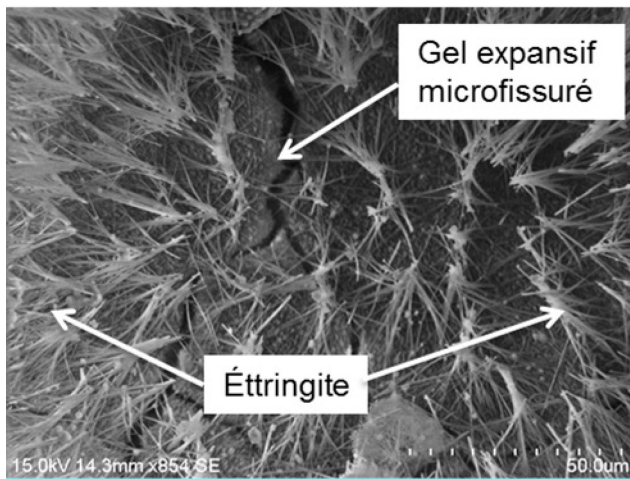


Figure 8-9. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 30MGV160-S

L'observation de la microstructure des produits formés dans les fissures du mortier 30MGV630-S a également montré la présence du gel expansif. Les quantités de gel observées en balayant toute la surface des fissures est toutefois beaucoup moins importantes que celles observées dans les fissures du mortier 30MGV160-S (Figure 8-10). À nouveau, le gel expansif dans les fissures du mortier 30MGV30 coexiste dans les fissures avec de la calcite et de l'étringite (4 photos du haut de la Figure 8-10). Des micro-granulats de verre MGV630 sont encore visibles partiellement couverts par une couche de calcite pas très épaisse (photos du bas de la Figure 8-10).

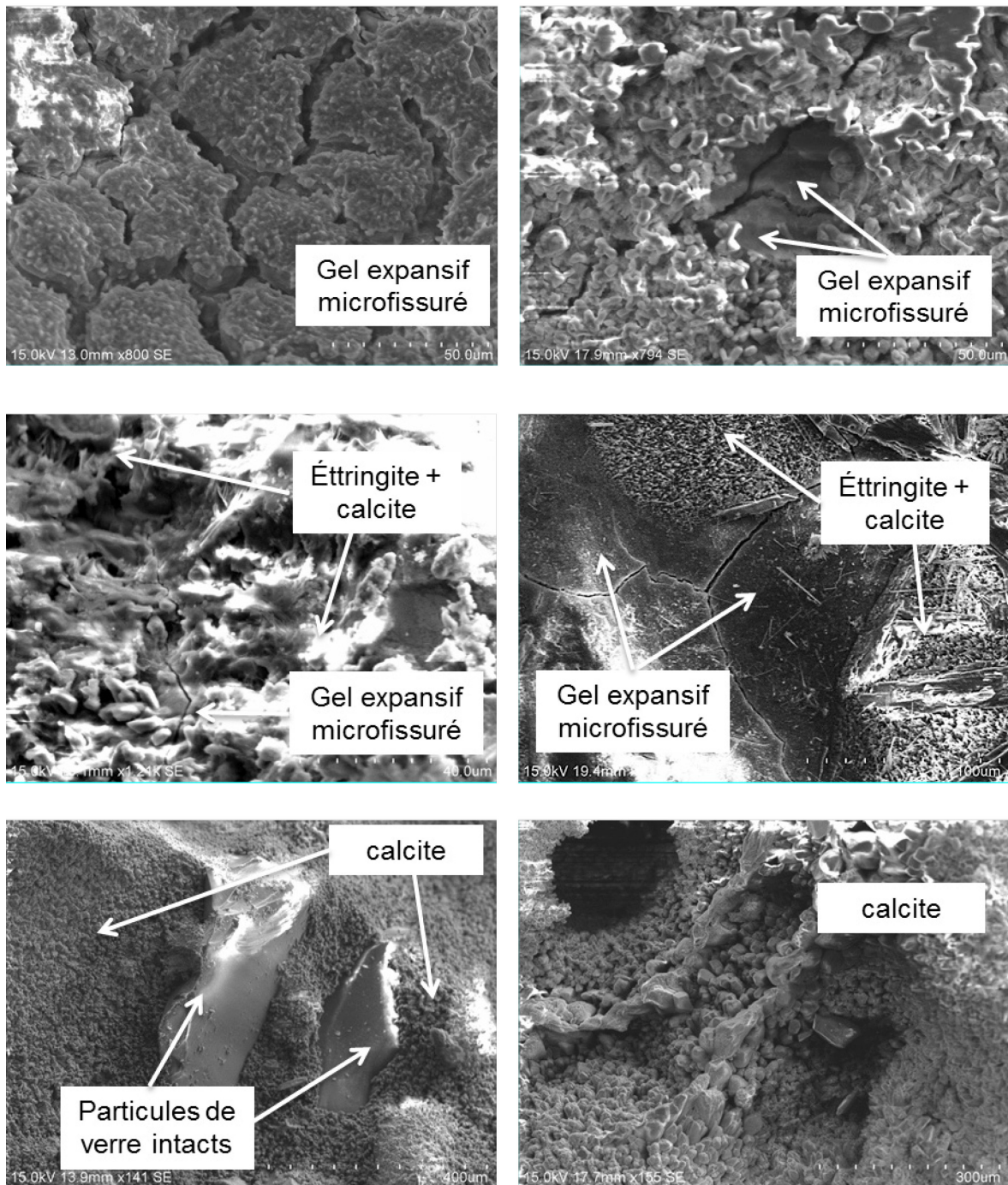


Figure 8-10. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 30MGV630-S

L'analyse EDS n'est pas toujours faisable sur les produits formés sur les plans de fissuration. En effet, ces plans ne sont pas toujours horizontaux et géométriquement uniformes. La Figure 8-11 présente une analyse EDS de l'une des formations de gel expansif observée dans une fissure du mortier 30MGV160-S. Le spectre EDS comporte principalement trois pics qui correspondent au potassium, silicium et au calcium. Le spectre montre bien qu'il s'agit d'un gel silico-calcaire alcalin. L'intensité du pic de sodium est faible. L'explication est que les ions sodium sont remplacés par les ions calcium dans la structure du gel (Diamond 1997).

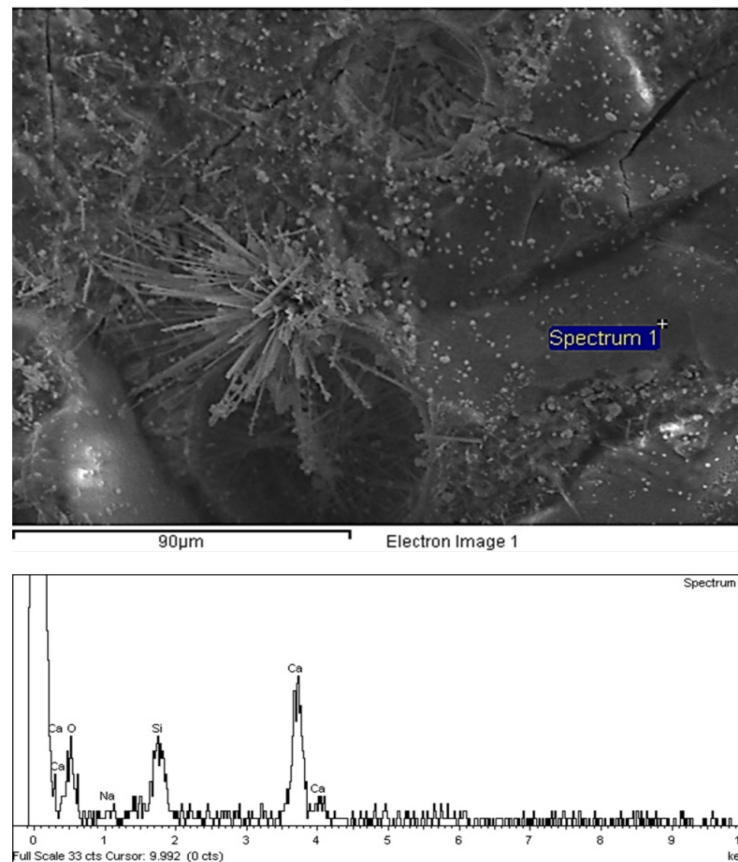


Figure 8-11. Analyse EDS du gel expansif observé dans les fissures du mortier 30MGV160-S

Des morceaux de mortiers ont été analysés pour évaluer la réactivité des granulats de verre à lorsqu'ils sont relativement éloignés de la fissure. Les granulats de verre sont restés intacts et aucune formation de gel expansif n'a pu être détectée dans la matrice cimentaire (Figure 8-12). L'observation au MEB n'a montré aucune présence de gel expansif autour des micro-granulats de verre ce qui confirme que les micro-granulats de verre n'ont pas réagi à l'intérieur de la matrice cimentaire loin du plan de fissuration. Dans les conditions de conservation choisies pour l'étude, l'activation des micro-granulats de verre par immersion des mortiers dans la solution S[1M] ne semble se produire que dans les fissures.

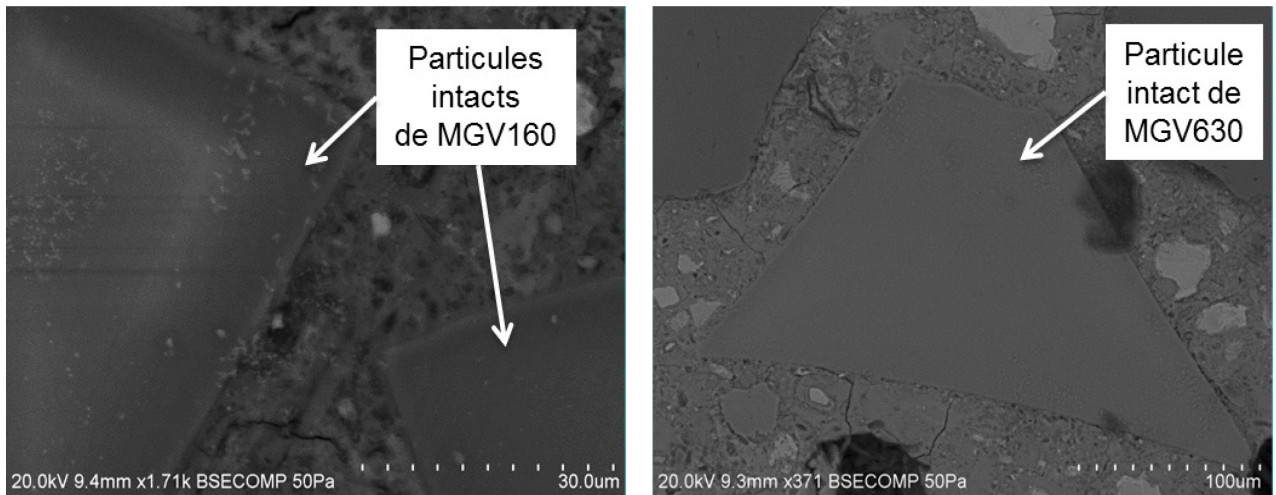


Figure 8-12. Observations au MEB des granulats de verre à l'intérieur des mortiers 30MGV160-S et 30MGV630-S après les 12 mois de conservation dans la chambre humide.

En revanche, plusieurs sites de formation d'ettringite secondaire sont observés dans les deux mortiers 30MGV160-S et 30MGV630-S à proximité des plans de fissuration (Figure 8-13). Cette formation est probablement la conséquence de la formation du gel alcali-silice. En effet, la formation du gel produit par la réaction alcalis – silice perturbe l'équilibre ionique, car les alcalis quittent la solution, ce qui à son tour diminue la solubilité de l'ettringite et favorise par conséquent sa formation (Petrov and Tagnit-hamou 1999; Shayan et al. 2004).

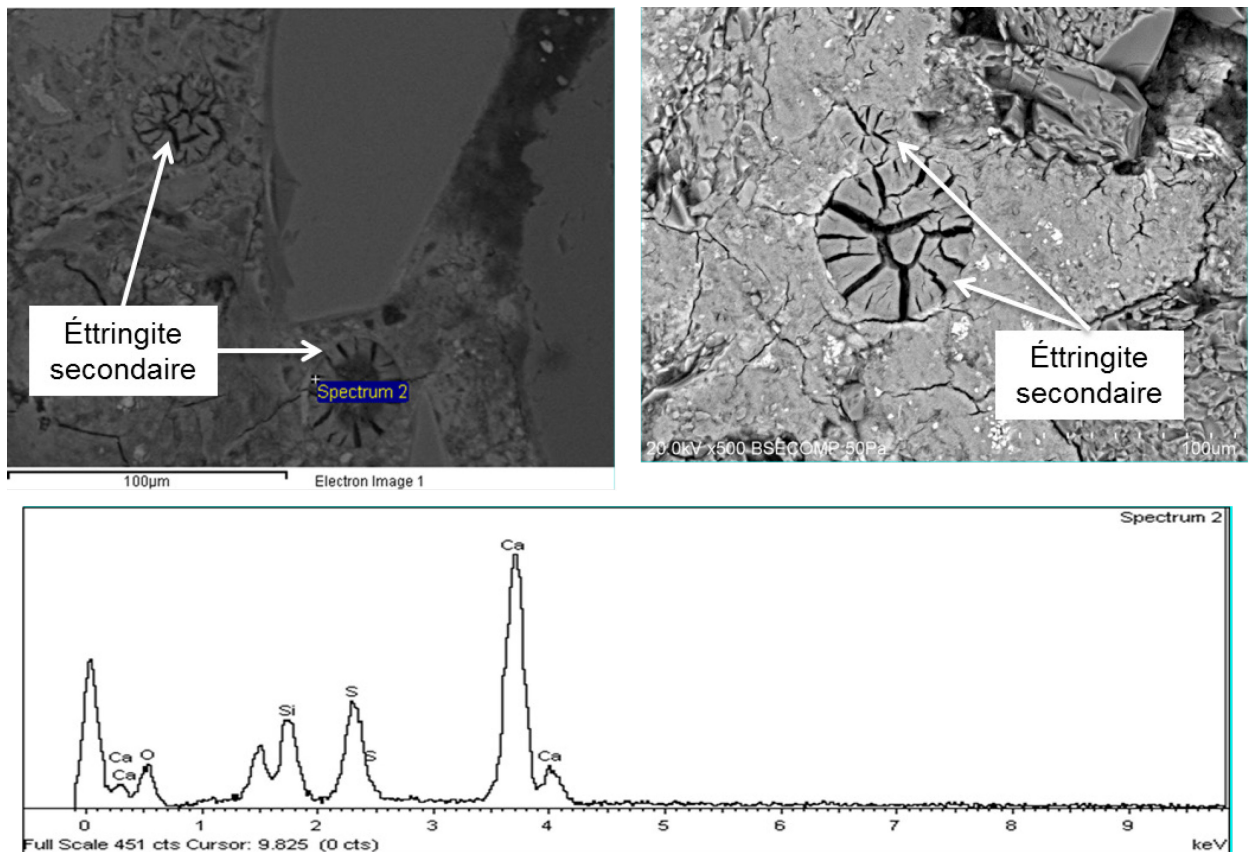


Figure 8-13. Observations au MEB des granulats de verre à l'intérieur des mortiers 30MGV160-S et 30MGV630-S après les 12 mois de conservation dans la chambre humide.

L'approche d'activation des micro-granulats de verre par immersion des mortiers dans la solution S[1M] n'a pas pour but de développer une nouvelle technique d'autocicatrisation. Elle est testée pour comprendre pourquoi il n'y avait pas de réactivité de micro-granulats de verre lors de la phase précédente. Les résultats de cette phase confirment que la matrice cimentaire des mortiers de la phase précédente n'a pas une teneur suffisante en alcalis pour amorcer la réaction alcali-silice.

Les résultats de la présente phase ont montré que si on active les micro-granulats de verre, il est possible d'avoir une formation de gel expansif dans les fissures et ainsi une certaine possibilité d'autocicatrisation plus avancée. La prochaine phase propose une approche plus pratique qui peut constituer une solution pour développer une nouvelle technique d'autocicatrisation en utilisant la réactivité des micro-granulats de verre.

8.1.3 Résultats des essais d'autocicatrisation des mortiers de la Phase IV-III : Effet de l'ajout des micro-granulats de verre activés par ajout de l'agent expansif à base de chaux libre

8.1.3.1 Cinétique d'autocicatrisation des mortiers contenant les micro-granulats de verre activés par ajout de l'agent expansif à base de chaux libre

La Figure 8-14 présente l'évolution, avec le temps de conservation, des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV-EA. Les courbes en pointillé montrent celles des fissures du mortier 10MGV160. Le mortier 30MGV160-EA a montré une cinétique d'autocicatrisation semblable à celle du mortier 10MGV160. La diminution des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV160-EA est comparable à celle des ouvertures apparentes des fissures du mortier 10MGV160 pour toutes les périodes de suivi de l'autocicatrisation par mesure de débit d'air. A la fin des essais d'autocicatrisation, la diminution finale des ouvertures apparentes des deux fissures est de 99 μm . cette diminution est comparable à celle qu'a montré le mortier 10MGV160 et le mortier témoin (Control)

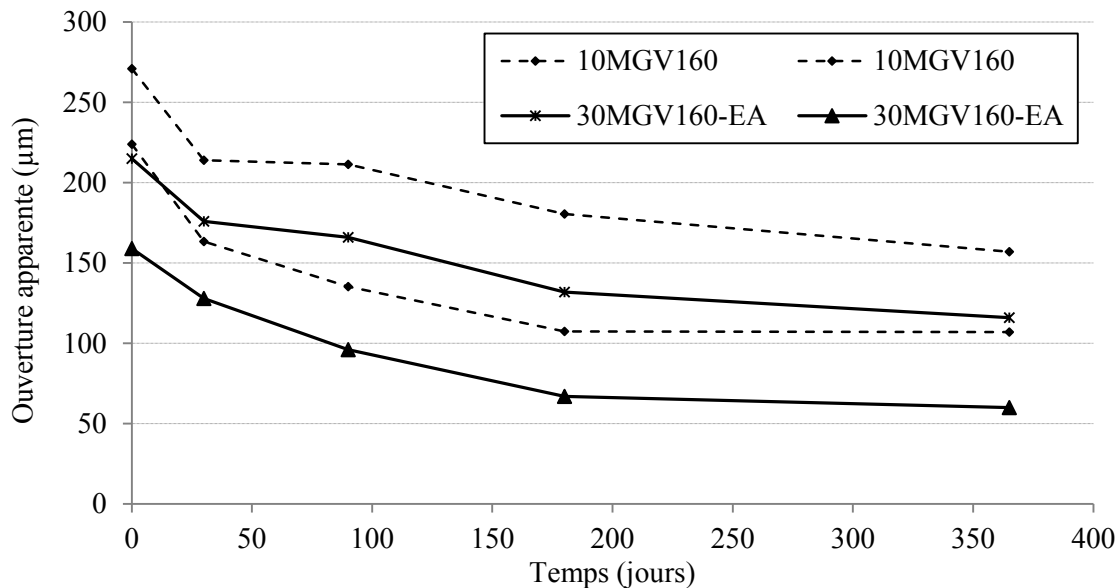


Figure 8-14. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV160-EA fissuré à 28 jours

La Figure 8-15 présente l'évolution des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV630 en le comparant au mortier 10MGV630. À nouveau, les deux cinétiques d'autocicatrisation sont assez comparables. La diminution, à 12 mois d'autocicatrisation, des ouvertures apparentes des deux fissures du mortier 30MGV630-EA est, cependant, légèrement plus importante. Elle est de 124 μm et 134 μm .

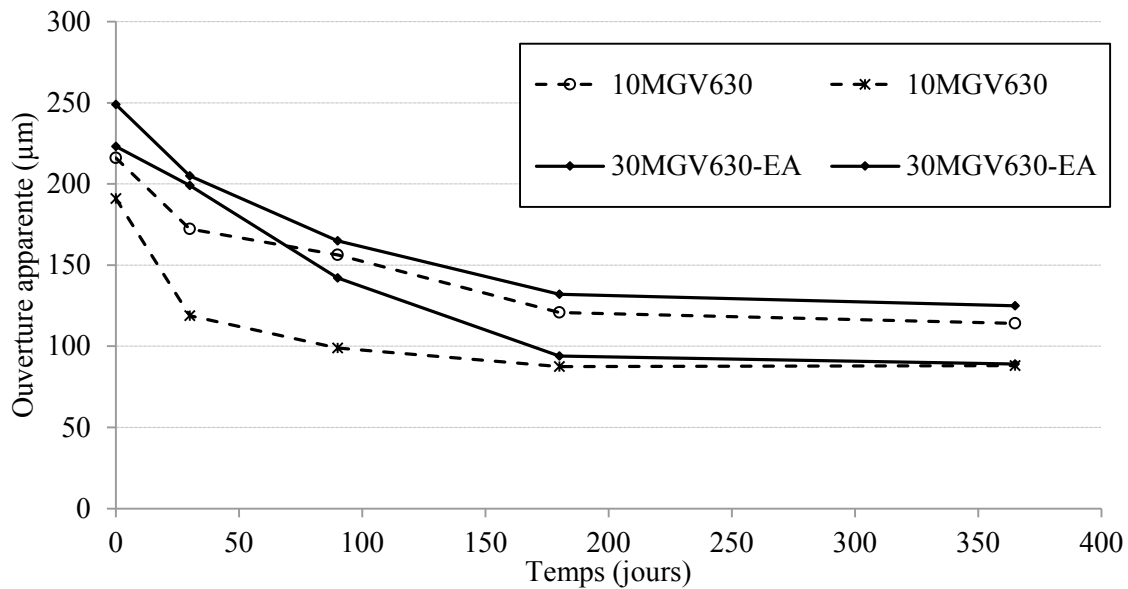


Figure 8-15. Évolution avec le temps des ouvertures apparentes des fissures du mortier 30MGV630-EA fissuré à 28 jours

Le Tableau 8-4 reprend les ouvertures apparentes initiales et finales des fissures des mortiers 30MGV160-EA et 30MGV630-EA. Il présente également les épaisseurs apparentes de cicatrisation à 12 mois ainsi que les taux apparents de cicatrisation. Il les compare à ceux du mortier témoin. Globalement, l'ajout des micro-granulats de verre avec l'agent expansif riche en chaux libre ne semble pas favoriser le potentiel d'autocicatrisation entre 0 et 12 mois de conservation dans la chambre humide. Le mortier 30MGV160-EA a montré une capacité de cicatrisation plus faible que le mortier témoin. Le mortier 30MGV630-EA a montré une capacité d'autocicatrisation légèrement plus importante.

Tableau 8-4. Épaisseurs apparentes moyennes et taux apparents moyens de cicatrisation des mortiers contenant des micro-granulats de verre et l'agent expansif (EA) fissurés à 28 jours

Échantillon	30MGV160-EA		30MGV630-EA		Control	
Ouverture apparente initiale (μm)	215	159	223	249	191	230
Ouverture apparente finale (μm)	116	60	89	125	73	119
Épaisseur apparente de cicatrisation (μm)	99	99	134	124	118	111
Taux apparent de cicatrisation (%)	46	62	60	50	62	48

8.1.3.2 Observation de la microstructure des mortiers autocicatrisés contenant des micro-granulats de verre activés par ajout de l'agent expansif à base de chaux libre

L'observation de la microstructure des produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 30MGV160-EA et 30MGV630-EA révèle la formation d'un gel expansif. Les photos de la Figure 8-17 montrent qu'un produit expansif a été détecté dans les fissures du mortier 30MGV160-EA. À nouveau, le gel expansif est souvent trouvé couvert et/ou mélangé avec des cristaux de calcite (photos à droite de la Figure 8-17). Parfois il est possible de détecter du gel expansif seul (photos à gauche de la Figure 8-17). La répartition de ces deux cas de figure sur la surface interne des fissures est aléatoire. La densité de la couche de calcite est plus importante que pour les mortiers traités par la solution S[1M] (Figure 8-16).

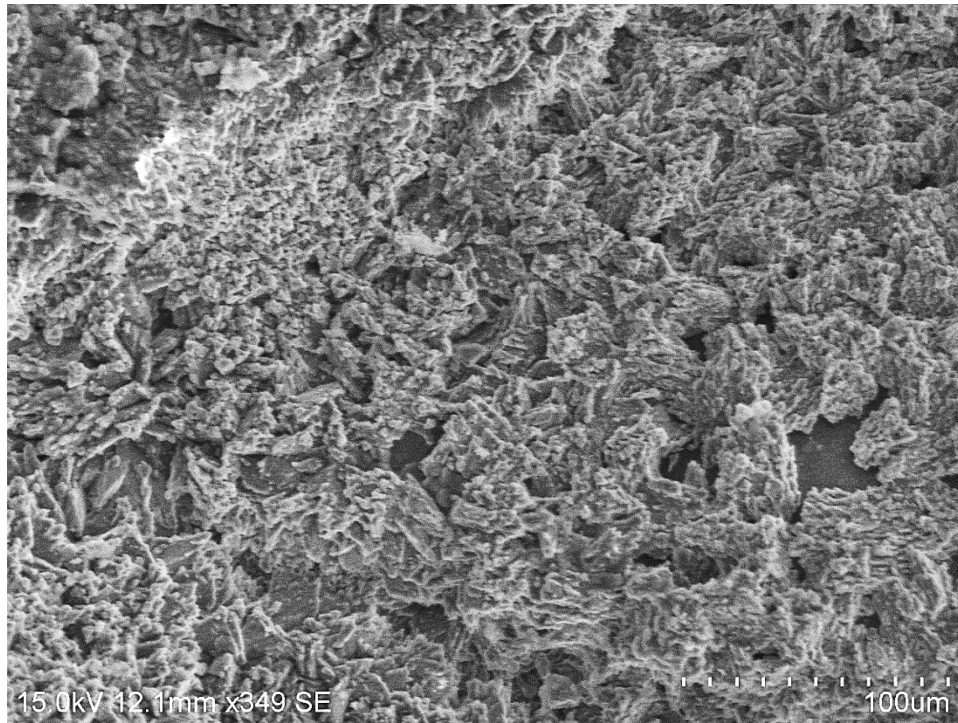


Figure 8-16. Cristaux de calcite observés au MEB sur les surfaces des fissures cicatrisées des mortiers contenant des MGV avec ajout de l'agent expansif EA.

En balayant toute la surface des fissures du mortier 30MGV160-EA, aucun micro-granulat de verre intact n'a été observé. Il y a donc une confirmation d'un début de réaction alcali-silice due à l'ajout de l'agent expansif EA.

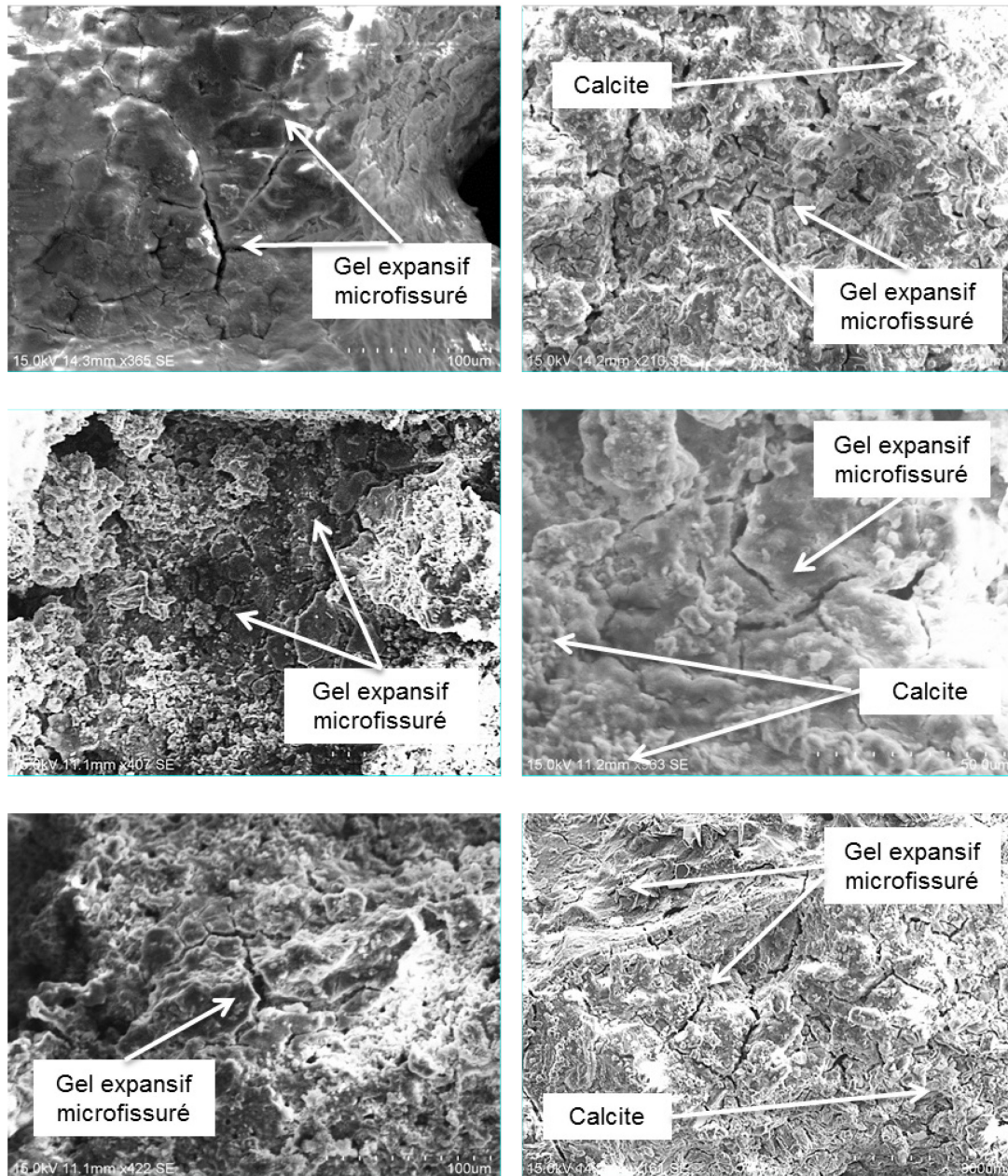


Figure 8-17. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 30MGV160-EA

L'observation de la microstructure des produits formés dans les fissures du mortier 30MGV630-EA a également montré la présence du gel expansif. Là aussi, le gel expansif peut apparaitre seul (photos à gauche de la Figure 8-18) ou mélangé avec de la calcite (photos à droite de la Figure 8-18). En revanche, dans le cas présent les micro-granulats de verre MGV630 ne sont plus visibles.

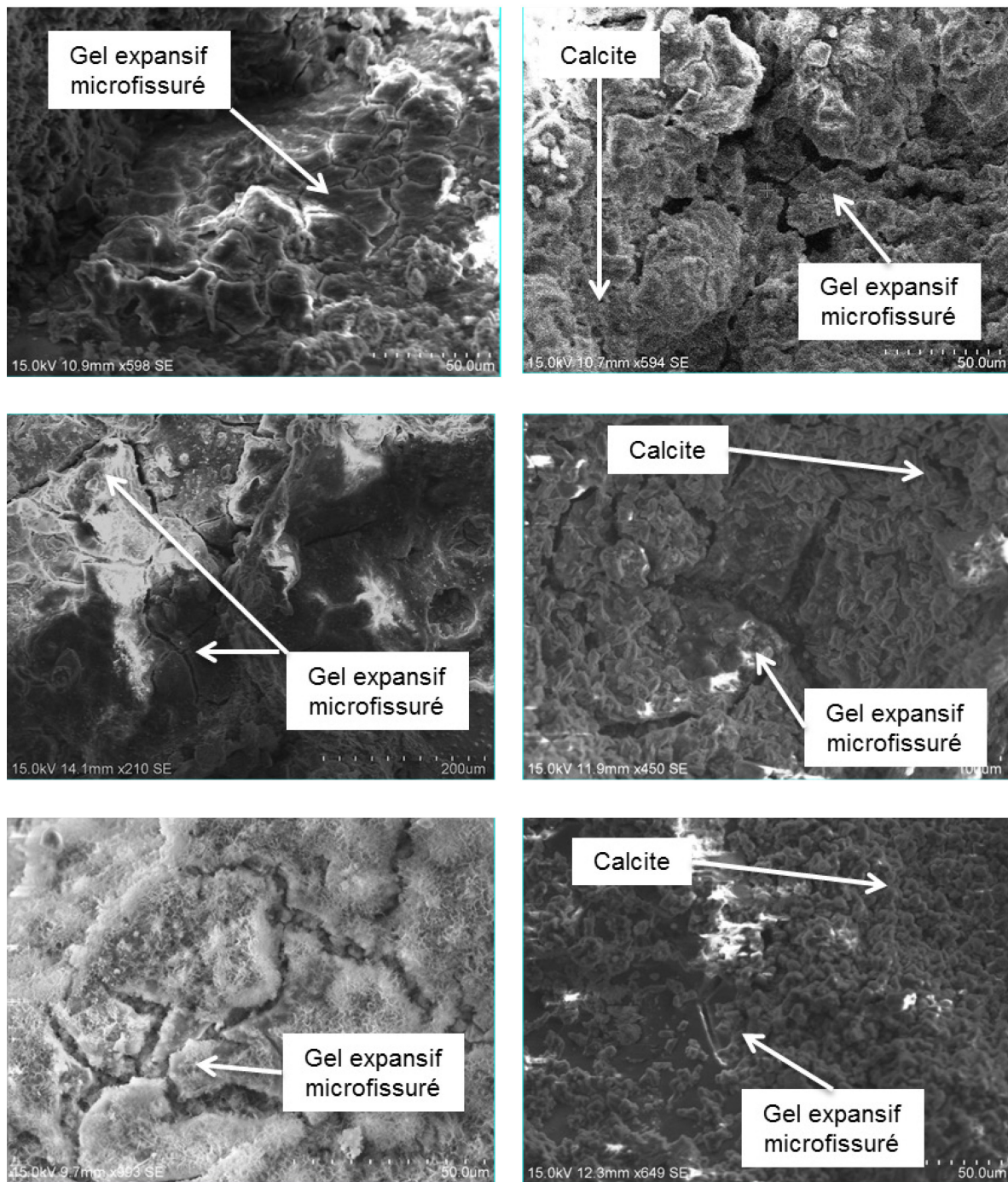


Figure 8-18. Observations au MEB des fissures cicatrisées du mortier 30MGV630-EA

L'analyse EDS des formations de gel expansif dans les fissures des mortiers contenant les MGVS activés par l'agent expansif montre qu'ils sont formés de silicium, aluminium, calcium et potassium (Figure 8-19). En comparant le spectre EDS du gel des fissures à un exemple d'analyse EDS correspondant à un gel alcali-silice observé au MEB par Idir(2009), il est possible de constater que le pic d'aluminium est beaucoup plus intense pour le gel des fissures. L'explication plausible à cela est que les ions aluminium, fournis par l'agent expansif qui contient 5,81 de Al_2O_3 , ont substitué les ions calcium dans la structure du gel expansif.

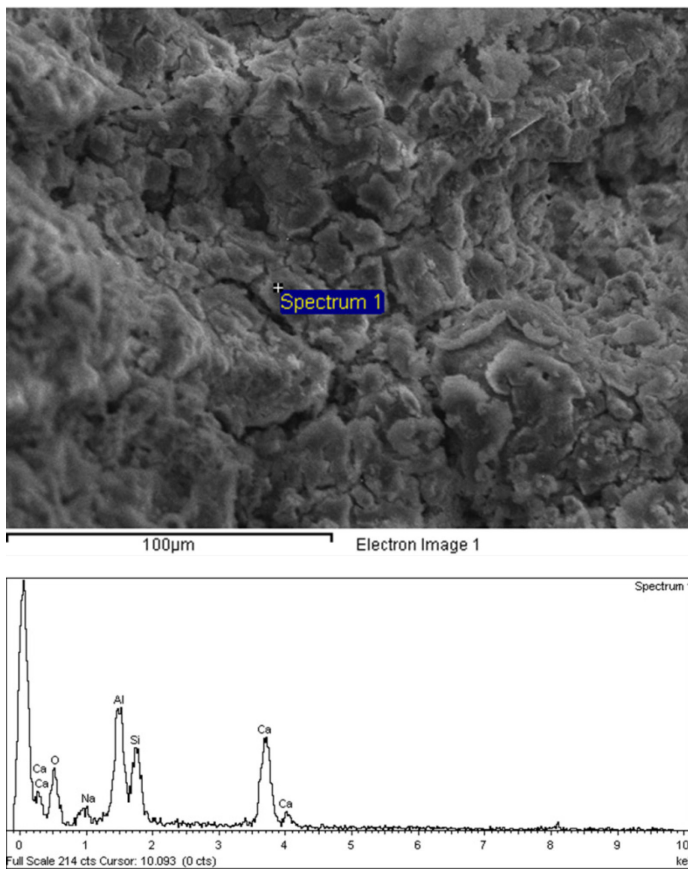
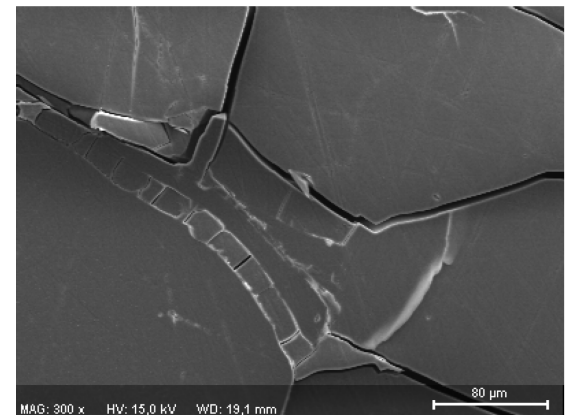


Figure 8-19. Analyse EDS du gel expansif observé dans les fissures du mortier 30MGV160-S



Spectre EDS du gel

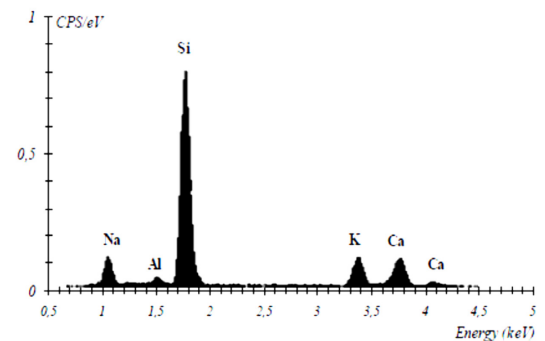


Figure 8-20. Exemple d'un gel alcali-silice observé au MEB par Idir(2009) et de l'analyse EDS lui correspondant

Les mortiers 30MGV160-EA et 30MGV630-EA fissurés et cicatrisés ont eux aussi montré l'existence de formations d'ettringite secondaire (Figure 8-21), probablement présentes pour les mêmes raisons expliquées précédemment.

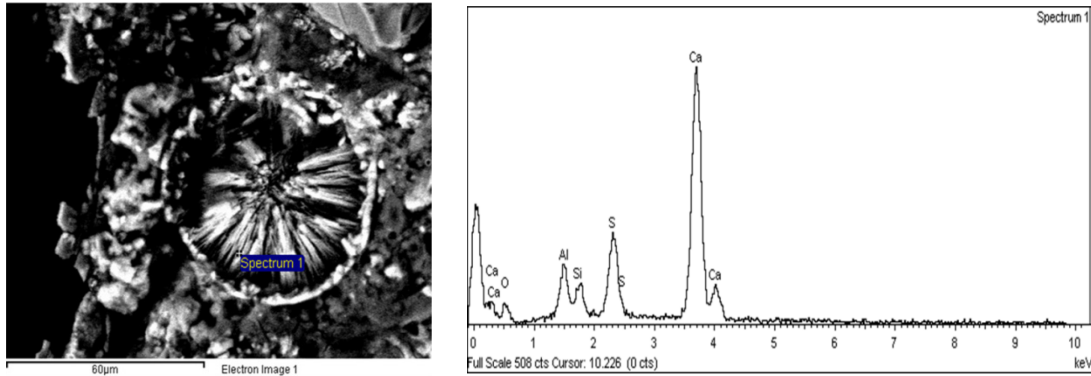


Figure 8-21. Ettringite secondaire observée au MEB à proximité du plan de fissuration d'une fissure du mortier 30MGV160-EA.

8.2 Discussion des résultats de la phase VI : Effet de l'introduction de l'ajout de micro-granulats de verre sur la cinétique et le potentiel d'autocicatrisation

L'ajout de micro-granulats de verre n'a pas influencé le potentiel d'autocicatrisation des mortiers fissurés. En effet, les trois mortiers, fissurés à l'âge de 28 jours, contenant chacun une classe de taille de micro-granulats de verre (MGV160, MGV315 et MGV630) en remplacement de sable, avec un taux de remplacement de 10%, ont montré des cinétiques de cicatrisation comparables à celle du mortier témoin. La Figure 8-22 compare les cinétiques de formation des produits de cicatrisation dans les fissures des trois mortiers avec celle du mortier témoin.

Globalement la formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers contenant les micro-granulats de verre évolue d'une façon comparable à celle du mortier témoin, sauf pour deux fissures. En effet, l'augmentation des épaisseurs de cicatrisation continue pour une fissure du mortier 10MGV160 et une fissure du mortier 10MGV315 entre 6 et 12 mois (courbes avec marqueurs carrés), contrairement aux autres fissures.

L'observation au MEB de la microstructure des produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers avec micro-granulats de verre a montré qu'il s'agit, comme pour le mortier témoin, d'une couche de cristaux de carbonates de calcium. Aucune présence d'un gel expansif n'est détectée, ni sur les parois des fissures ni dans la matrice cimentaire à l'intérieur des échantillons. Les micro-granulats de verre sont intacts. La matrice cimentaires des mortiers étudiés soumis aux conditions choisies pour l'étude n'est pas un milieu propice au déclenchement de la réaction alcali silice des micro-granulats de verre.

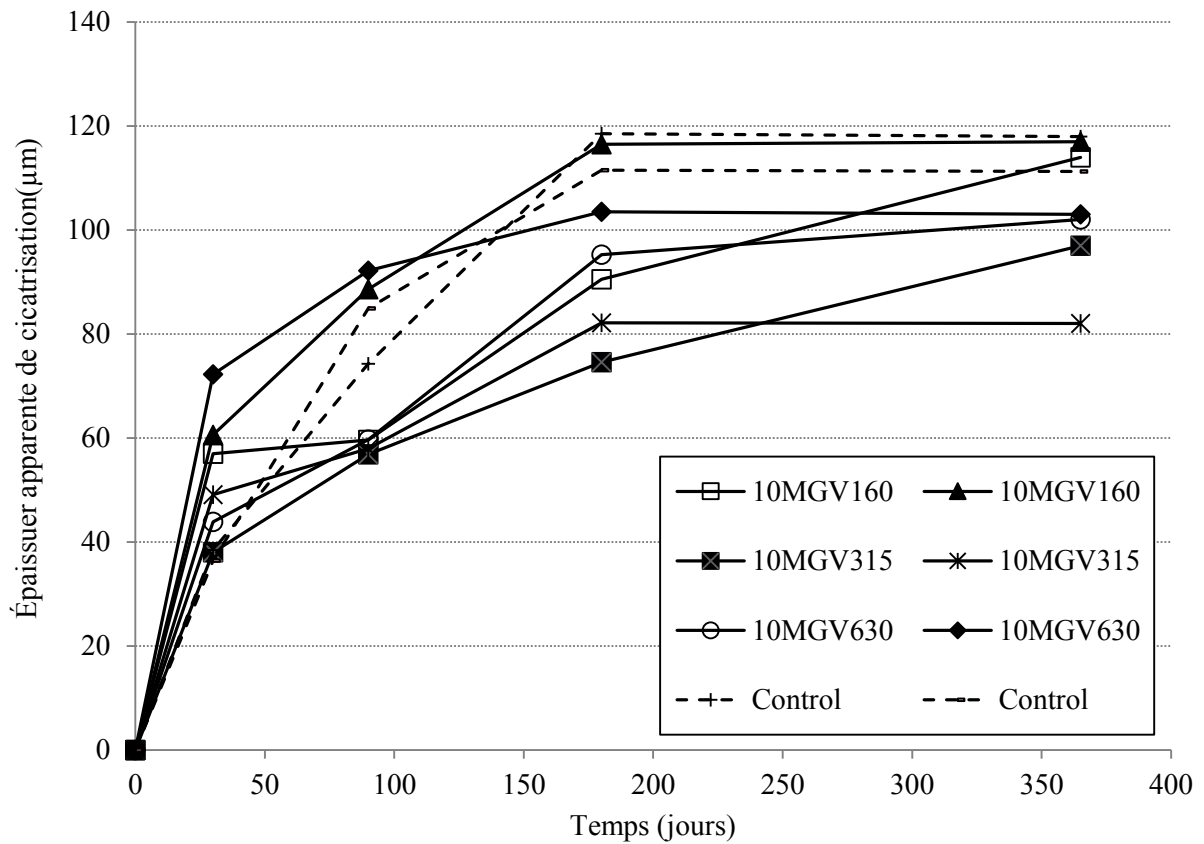


Figure 8-22. Cinétique de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10MGV160, 10MGV315 et 10MGV630.

Comme expliqué plutôt dans ce document (paragraphe 4.5). La réaction se développe sous les trois conditions suivantes :

- Présence de la silice réactive.
- Humidité relative supérieur à 80-85%.
- Concentration élevée en alcali

La silice réactive est apportée par les micro-granulats de verre. Les mortiers contenant les granulats de verre sont conservés dans une chambre humide à 100% d'humidité relative et à 23°C. La réaction alcali silice ne s'étant pas déclenchée sous ces conditions, l'étape suivante a été d'essayer de l'activer en apportant à la matrice cimentaire des agents qui permettront d'amorcer la réaction.

En effet, trois ions permettent de déclencher et activer la réaction alcali-silice. Il s'agit de :

- Les hydroxydes alcalins de la solution interstitielle alcaline qui, attaquent et décomposent les groupes silanol et siloxane de la silice amorphe.
- Les alcalins dont la présence dans la solution permet d'équilibrer la charge de la solution et entraîne la précipitation d'un gel.
- Les ions calcium de la solution interstitielle qui viennent substituer les ions alcalins du gel silico-alcalin. Les alcalins libérés sont donc de nouveau disponibles pour réattaquer la silice.

La matrice cimentaire des mortiers de la phase précédente ne semble pas posséder des teneurs suffisantes en ces agents. En se basant sur ces informations, deux approches ont été développées pour activer la réaction alcali-silice et la formation du gel silico-calcaire alcalin dans les fissures.

La première approche consiste à immerger les mortiers à quelques reprises dans une solution d'hydroxyde de sodium pour augmenter la teneur en alcalis de la solution interstitielle et dans la solution dans la fissure. La deuxième est d'ajouter à la formulation des mortiers contenant des micro-granulats de verre, un agent expansif à base de chaux libre pour augmenter à la fois la disponibilité des ions hydroxyde et des ions calcium.

Les deux approches ont abouti à la formation du gel expansif dans les fissures cicatrisées. Des traces d'un gel expansif ont été observées au MEB dans les fissures, combiné à des cristaux de carbonates de calcium.

La formation d'un gel expansif dans les fissures n'a pas augmenté la capacité d'autocicatrisation des mortiers fissurés. La Figure 8-23 montre une comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10MGV160, 30MGV160-S et 30MGV160-EA. La Figure 8-24 compare celles des mortiers 10MGV630, 30MGV630-S et 30MGV630-EA.

Il est possible de constater que le mortier 10MGV160 n'ayant subi aucune approche d'activation, a montré la meilleure capacité d'autocicatrisation. L'épaisseur moyenne de la couche de cicatrisation après 12 mois est de 116 μm , une valeur très proche de celle du

mortier témoin. L'activation par immersion dans la solution S[1M] donne une bien plus faible cicatrization. L'épaisseur apparente moyenne de la couche de cicatrization formée dans les fissures du mortier ayant subi ce traitement est de seulement 60 μm . L'épaisseur moyenne de cicatrization obtenue par activation des MGV160 par l'agent expansif (EA) est de 99 μm , ce qui reflète une capacité de cicatrization légèrement inférieure au mortier avec des MGV160 non activés. On a donc réussi à activer les micro-granulats de verre par les deux approches d'activation (MEB-EDS) mais la formation de gel expansif n'a pas d'effet bénéfique sur le potentiel d'autocicatrization.

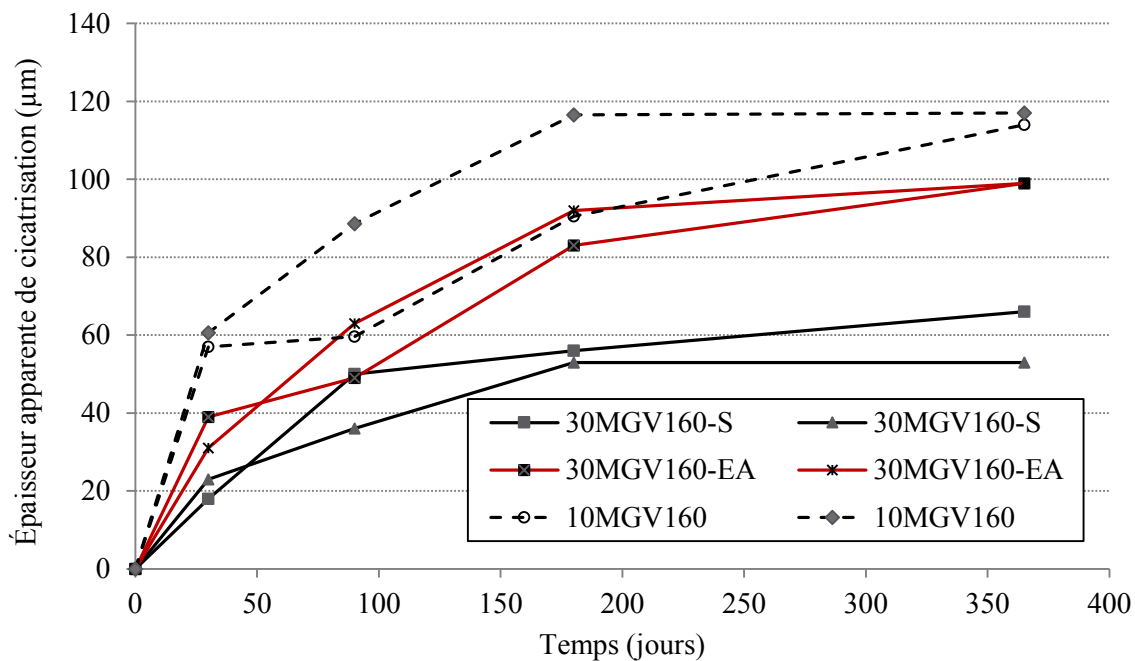


Figure 8-23. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrization dans les fissures des mortiers 10MGV160, 30MGV160-Set 30MGV160-EA.

Concernant les mortiers contenant les MGV630, c'est celui qui contient l'agent expansif (EA) qui présente l'épaisseur apparente moyenne de cicatrization la plus importante (129 μm), suivi par le mortier n'ayant subi aucun traitement avec une épaisseur moyenne de 103 μm . Le mortier immergé dans la solution S[1M] a montré une plus faible épaisseur moyenne de 43 μm .

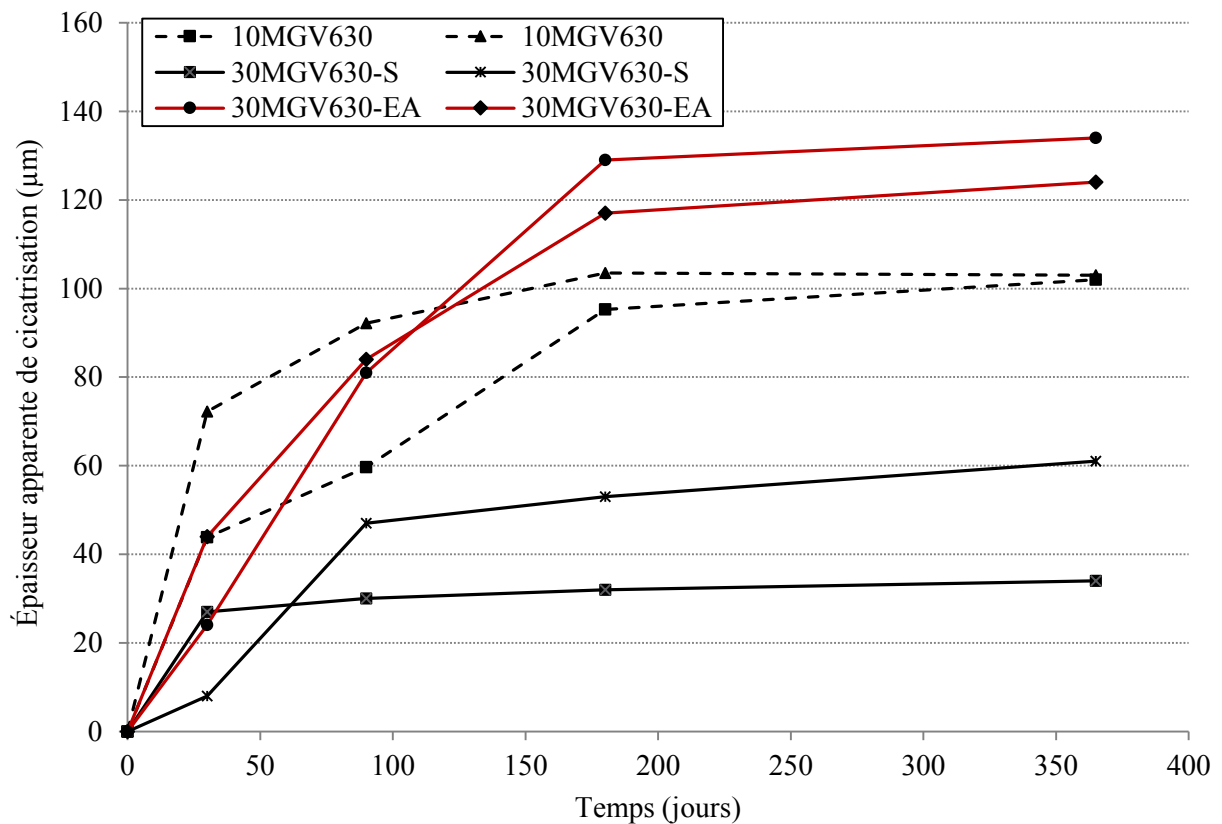


Figure 8-24. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers 10MGV160, 30MGV160-Set 30MGV160-EA.

Le mortier témoin immergé dans la solution S[1M] possède une très faible capacité d'autocicatrisation (Figure 8-25). L'immersion dans la solution S[1M] semble donc ralentir et limiter les processus naturels d'autocicatrisation, notamment la précipitation des carbonates de calcium sur les parois des fissures.

En ce qui concerne les mortiers avec les micro-granulats de verre, l'immersion dans la solution S[1M] semble avoir le même effet sur l'autocicatrisation naturelle (par carbonatation). Elle permet, par ailleurs, de déclencher la formation de gel expansif silico-calcaire alcalin dans les fissures. En revanche, la formation de ce gel a un pouvoir d'autocicatrisation inférieur à celui de la carbonatation.

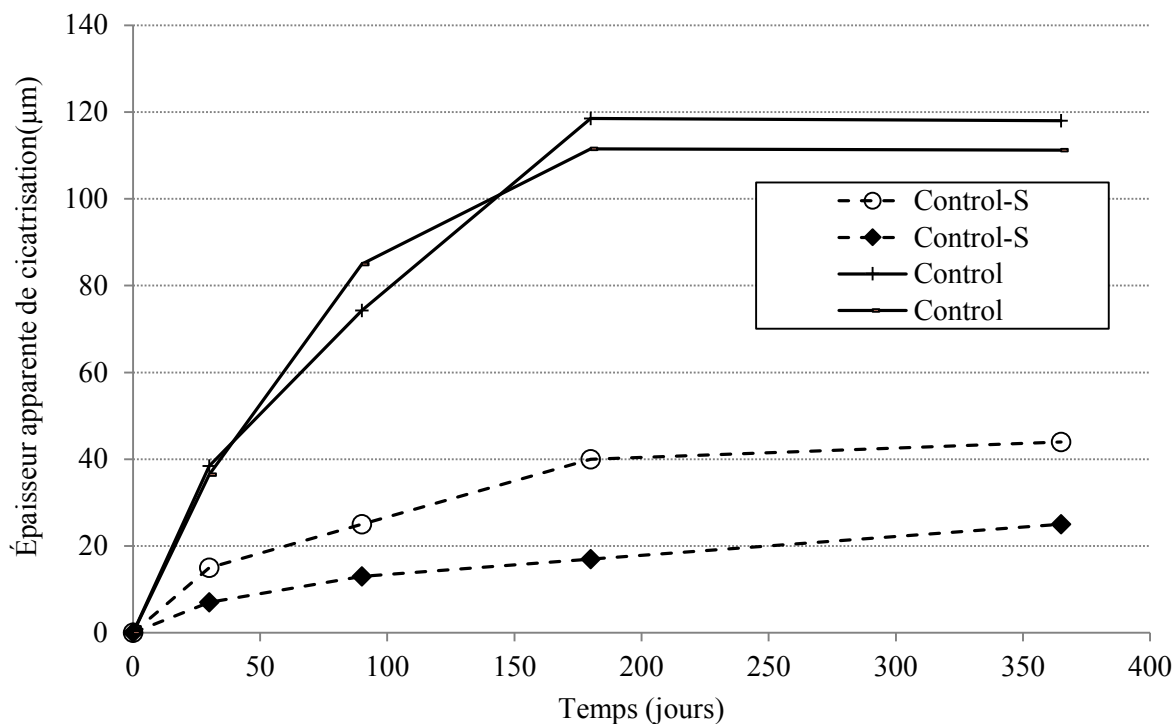


Figure 8-25. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers Control et Control-S.

Par ailleurs, la préparation des échantillons fissurés de mortier pour les mesures de débit d'air dans les fissures nécessite à chaque fois un séchage pendant 24 heures à une température de 40°C. Il est possible que cette procédure affecte le gel expansif formé dans les fissures. En effet, en se desséchant, le gel se contracte et son efficacité en termes de colmatage des fissures diminue.

L'ajout de l'agent expansif (EA) aux mortiers contenant les granulats de verres n'a pas non plus amélioré leur potentiel d'autocicatrisation. En revanche la présence des micro-granulats de verre dans le mortier a modifié l'effet de l'agent expansif (EA) sur la capacité de cicatrisation étudié précédemment dans ce document (CHAPITRE 6), notamment entre 6 et 12 mois de conservation.

La Figure 8-26 présente une comparaison entre les cinétiques de formation des produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers qui contiennent l'agent expansif (EA): 10EA, 30MGV160-EA et 30MGV630-EA. Les trois mortiers ont le même dosage en agent expansif.

Le graphique montre que l'évolution des épaisseurs apparentes du mortier 30MGV160-EA est la plus faible. En effet, la classe de micro-granulats de verre MGV160 contient les grains de verre dont la taille est comprise entre 80 μm et 160 μm . Les particules de verre les plus fines (inférieur à 100 μm) peuvent avoir un comportement pozzolanique et réagir avec la portlandite de la matrice cimentaire. La consommation de la portlandite par une réaction pozzolanique réduit le potentiel d'autocicatrisation par carbonatation en réduisant la disponibilité des ions calcium.

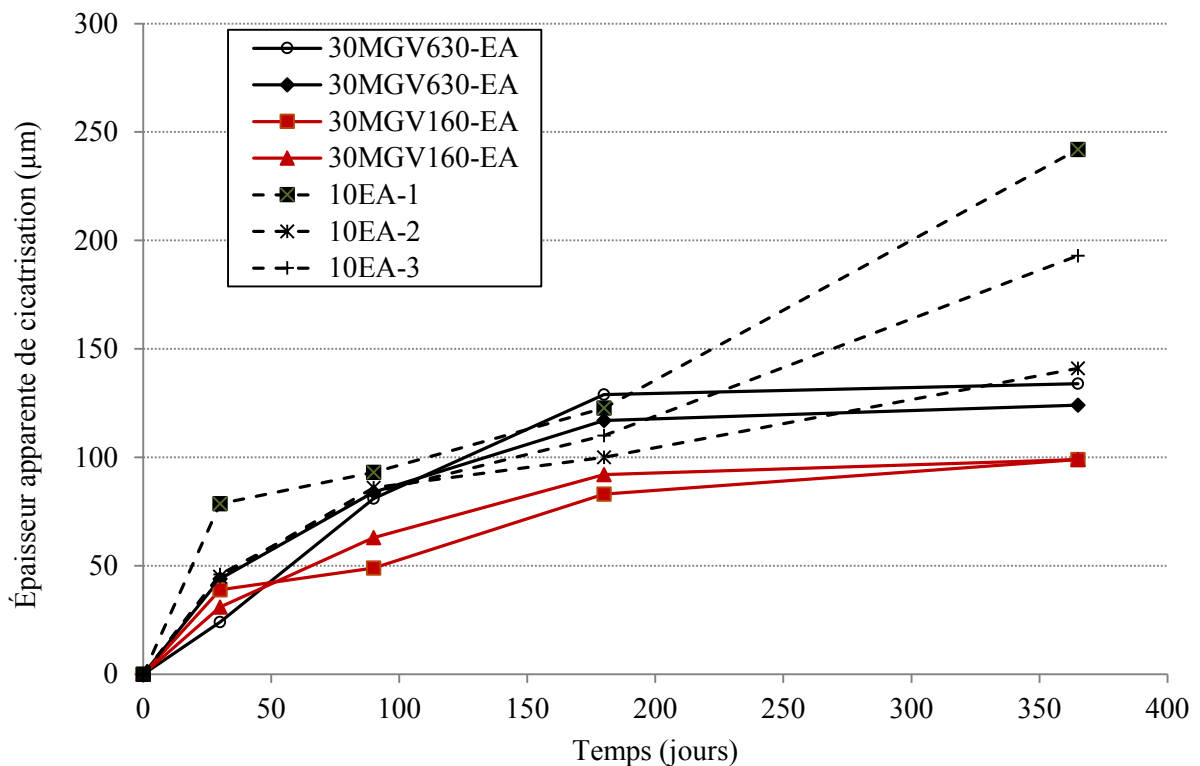


Figure 8-26. Comparaison entre les cinétiques de formation de produits de cicatrisation dans les fissures des mortiers contenant l'agent expansif (EA).

Le mortier 30MGV630-EA a montré une cinétique comparable à celle du mortier 10EA entre 0 et 6 mois. Entre 6 et 12 mois l'épaisseur des produits de cicatrisation se stabilise pour les fissures des mortiers contenant les micro-granulats de verre et continue à augmenter pour les fissures du mortier 10EA.

Il est possible que la réaction alcali silice se soit déclenchée tardivement (à 6 mois de conservation). La formation du gel silico-calcaire alcalin peut consommer les ions calcium et limiter par conséquent la réaction de carbonatation dans les fissures.

8.3 Conclusions de la phase VI : Effet de l'introduction de l'ajout de micro-granulats de verre sur la cinétique et le potentiel d'autocicatrisation

L'incorporation des micro-granulats de verre dans les mortiers n'a pas amélioré leur capacité de récupération entre 0 et 12 mois de conservation dans une chambre humide (100% d'humidité relative, 23°C). Les mortiers 10MGV160, 10MGV315 et 10MGV630 ont globalement montré des potentiels d'autocicatrisation équivalents au mortier témoin (Control). L'observation au MEB des fissures des trois mortiers a montré l'absence de toute réactivité des micro-granulats de verre dans les matrices cimentaires.

Les deux approches choisies pour activer la réaction alcali-silice des micro-granulats de verre dans les fissures des mortiers ont, toutes les deux, abouti à la formation du gel expansif dans les fissures cicatrisées. Des traces d'un gel expansif ont été observées au MEB dans les fissures, combiné à des cristaux de carbonates de calcium et aux aiguilles d'ettringite. La formation d'un gel expansif dans les fissures n'a toutefois pas augmenté la capacité d'autocicatrisation des mortiers fissurés.

L'activation des MGV par l'immersion des mortiers dans la solution S[1M] a permis d'amorcer la formation d'un gel expansif dans les fissures mais elle semble affecter le potentiel global d'autocicatrisation des mortiers. En effet, d'une part, l'immersion dans la solution S[1M] semble ralentir et limiter les processus naturels d'autocicatrisation, notamment la précipitation des carbonates de calcium sur les parois des fissures. D'autre part, la formation de gel expansif semble avoir un pouvoir de cicatrisation faible. Tous cela

s'est traduit par une très faible autocicatrisation des mortiers immergés dans la solution S[1M].

L'ajout de l'agent expansif (EA) aux mortiers contenant les granulats de verres n'a également pas amélioré leur potentiel d'autocicatrisation. En revanche la présence des micro-granulats de verre dans le mortier a diminué l'effet de l'agent expansif (EA) sur la capacité de cicatrisation, notamment entre 6 et 12 mois de conservation.

Il est possible que la procédure de préparation des échantillons fissurés de mortier pour les mesures de débit d'air dans les fissures qui nécessite à chaque fois un séchage pendant 24 heures à une température de 40°C affecte le gel expansif formé dans les fissures. En effet, en se desséchant, le gel se contracte et son efficacité en termes de colmatage des fissures diminue.

CHAPITRE 9

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Le développement de nouveaux bétons ayant un fort potentiel d'autocicatrisation est le sujet d'un nombre croissant de travaux scientifiques. Ces travaux ont tenté de proposer des approches technologiques qui permettront d'améliorer la capacité d'autocicatrisation naturelle des matériaux cimentaires. Plusieurs solutions plus ou moins pratiques et efficaces sont proposées.

Le présent projet de recherche a initié une démarche en vue de proposer des approches technologiques pratiques, fiables et peu coûteuses qui permettront d'optimiser et de favoriser le potentiel d'autocicatrisation des bétons et des matériaux cimentaires en général. La première phase de l'étude a permis de mieux comprendre l'autocicatrisation naturelle d'un mortier témoin (Control) et de certains paramètres d'influence, notamment le rapport eau/ciment et la fissuration à un très jeune âge (3 et 7 jours). La deuxième phase de l'étude consistait à étudier l'influence de l'ajout de réactifs en poudre avec différentes teneurs en chaux libre sur la capacité d'autocicatrisation. Pour la troisième phase, les réactifs introduits dans le mortier sont des granulés à base de ciment faiblement hydraté, avec ou sans ajout d'un agent expansif à base de chaux libre, et des granulés à base de cendres volantes de biomasse. La dernière phase de l'étude avait pour objectif d'étudier la possibilité d'une formation d'un gel expansif silico-calcaire alcalin dans les fissures en introduisant des micro-granulats de verre et en étudiant deux approches différentes pour les activer.

Un programme expérimental complet constitué d'une batterie d'essais de suivi de l'autocicatrisation et de caractérisation de matériaux a été établi pour réaliser les objectifs spécifiques de chaque phase de l'étude.

9.1 Phase I : Étude de l'autocicatrisation naturelle et des paramètres d'influence

L'autocicatrisation naturelle des mortiers a été suivie sous des conditions de conservation spécifiques (100% H.R. et 23°C) choisies pour maximiser le potentiel d'autocicatrisation naturelle. Les mortiers étudiés dans cette phase sont un mortier de référence (Control) ayant un rapport eau/ciment de 0,485 fissuré à l'âge de 28 jours et deux mortiers ayant des rapports eau/ciment de 0,485 et de 0,35 fissurés à 3 et 7 jours. Les résultats obtenus dans cette phase de l'étude constituent une continuité de l'étude de Argouges et Gagné (Argouges and Gagné 2010; Gagne and Argouges 2012). Ils confirment l'ensemble des conclusions tirées de cette étude. En effet :

- L'autocicatrisation naturelle des mortiers ordinaires (ayant de rapport eau/ciment moyens) se produit entre 0 et 6 mois après la fissuration.
- L'autocicatrisation naturelle est souvent plus rapide le premier mois.
- Dans la plage étudiée, la variation du rapport eau/ciment n'a pas d'influence ni sur la cinétique d'autocicatrisation ni sur l'épaisseur apparente finale d'autocicatrisation.
- La fissuration à très jeune âge n'a pas d'influence sur le potentiel d'autocicatrisation.
- La disponibilité importante de ciment anhydre dans la matrice cimentaire des mortiers fissurés à très jeune âge (3 et 7 jours) n'a pas d'effet sur la capacité de récupération. L'hydratation différée du ciment n'est pas un mécanisme d'autocicatrisation efficace pour le cas des mortiers étudiés.
- L'épaisseur apparente de la couche de produits de cicatrisation formés après les 12 mois de conservation est sensiblement la même pour tous les mortiers. Elle est de l'ordre de 100 μm .
- L'observation au MEB de la microstructure des produits de l'autocicatrisation a montré qu'il s'agit principalement de cristaux de carbonate de calcium avec une présence moins importante de l'étringite préférentiellement formée au centre des parois internes des fissures.

La première contribution de cette phase est de confirmer que, pour des matériaux cimentaires ordinaires, le déroulement de l'autocicatrisation naturelle n'est pas influencé ni par le rapport eau/ciment ni par l'âge de fissuration (même pour les plus jeune âges).

La deuxième contribution est de démontrer que l'hydratation différée de ciment ne constitue pas un mécanisme efficace pour l'autocicatrisation. Une disponibilité plus importante, au moment de la fissuration, de ciment anhydre dans la matrice cimentaire n'augmente pas le potentiel d'autocicatrisation. En effet, l'hydratation des particules de ciment anhydre se trouvant sur les surfaces internes des fissures, ou dans la matrice cimentaire avoisinante produit un gel C-S-H qui n'est ni expansif, ni mobile.

Il serait, toutefois, intéressant d'étudier l'autocicatrisation de matériaux cimentaire avec de faibles rapports eau/ciment et de grands dosages en ciment (béton à ultra haute performance). Ces bétons ont une charge importante en ciment qui pourrait éventuellement influencer l'autocicatrisation naturelle.

9.2 Phase II : Effets de l'ajout de réactifs en poudre avec différentes teneurs en chaux libre

L'objectif de cette deuxième phase est d'étudier l'effet d'un apport supplémentaire portlandite sur le potentiel de cicatrisation des mortiers. Des ajouts ayant différentes teneurs en chaux libre sont introduits. Les réactifs choisis sont un agent d'expansion interne à base de chaux libre (58% de CaO libre) et deux cendres volantes de biomasse ayant différentes teneurs en chaux libre de 9% et 17%. Les dosages en réactifs ont été choisis pour obtenir des mortiers ayant des teneurs en portlandite variées. Les conclusions tirées des résultats de cette phase sont :

- La teneur en chaux libre du réactif additionné influence directement la teneur en portlandite du mortier à 28 jours. En effet, en absence de toute réaction pozzolanique (qui consomme la portlandite) il est possible de calculer l'apport en portlandite par l'hydratation de la chaux libre du réactif.
- Il semble exister une corrélation entre l'épaisseur apparente de cicatrisation et la teneur en portlandite au moment de la fissuration.
- L'épaisseur apparente de cicatrisation est beaucoup plus importante pour les mortiers ayant les teneurs en portlandite, au moment de la fissuration, les plus élevées. En effet, pour des fissures avec des ouvertures initiales comparables ($\approx 200 \mu\text{m}$) :
 - Un mortier ayant une teneur en portlandite de $42 \text{ mg/g}_{\text{mortier}}$ (mortier avec 10% de KFAB9) possède une épaisseur apparente de cicatrisation de $68 \mu\text{m}$.

- Un mortier ayant une teneur en portlandite de 58 mg/g_{mortier} (mortier avec 10% de EA) possède une épaisseur apparente de cicatrisation de 193 µm.
- L'effet de la teneur en portlandite sur le potentiel d'autocicatrisation est de plus en plus important avec le temps de conservation. En effet, les mortiers ayant de fortes teneurs en portlandite au moment de fissuration possèdent une activité d'autocicatrisation importante entre 6 et 12 mois de conservation
- L'observation au MEB des fissures cicatrisées des différents mortiers a montré, à nouveau, l'existence d'une couche de calcite qui couvre la totalité des surfaces internes des fissures. La densité et l'homogénéité de la couche varient selon l'importance de l'épaisseur apparente d'autocicatrisation.

La contribution principale de cette phase est de démontrer que la carbonatation est, en effet, le mécanisme d'autocicatrisation naturelle le plus efficace. Une augmentation de la teneur en portlandite de la matrice cimentaire permet d'activer ce mécanisme et, par conséquent, obtenir un matériau cimentaire avec un fort potentiel d'autocicatrisation (un taux apparent de cicatrisation de 83% pour une grosse fissure de 293 µm).

Les perspectives de cette phase est d'étudier des dosages intermédiaires en réactifs riches en CaO libre pour trouver des formules optimales permettant à la fois de préserver les propriétés mécaniques de la matrice cimentaire et de maximiser le potentiel d'autocicatrisation

9.3 Phase III : Effets de l'ajout de réactifs granulé à base de ciment et / ou chaux libre sur le potentiel d'autocicatrisation

Cette phase du projet s'est déroulé selon deux étapes la première consiste à étudier la possibilité de fabriquer des granulés de réactifs (en forme de billes) dans le laboratoire de génie civil de l'Université de Sherbrooke. La technique optimisée consiste à une granulation humide du ciment seul ou avec d'autres ajouts. Cette nouvelle technique permet créer des réserves de réactifs internes latents (ciment anhydre et portlandite).

Le principe est d'humidifier une partie du ciment pour déclencher la réaction d'hydratation et former des hydrates qui vont servir de liant entre le reste des particules et créer des agglomérations de grains de ciment faiblement hydraté.

Les granulés fabriqués pour être utilisés dans l'étude d'autocicatrisation sont des billes de deux classes de taille (petites de 630 μ m à 1,25 mm et grosses de 1,25 mm à 2,5 mm).

Deux compositions de billes sont étudiées :

- Billes composées de ciment (CB).
- Billes composées de ciment avec ajout de 10% d'un agent expansif à base chaux libre (CEAB).

La deuxième étape de la phase est d'étudier l'effet de l'inclusion de granulés de réactifs sur l'autocicatrisation des mortiers. À part les granulés fabriqués, des billes de cendres volantes de biomasse (ayant une teneur en chaux libre de 4%) fournis par la compagnie KRUGER sont étudiées. Les résultats obtenus de cette étape ont permis de conclure que :

- Globalement, les billes de ciment (CB) et les billes de ciment et agent expansif (CEAB) avec les deux tailles de granules semblent améliorer visiblement la capacité d'autocicatrisation des mortiers. Les taux de cicatrisation obtenus sont supérieurs à 65% pour les billes de ciment et supérieurs à 76% pour les billes de ciment avec agent expansif.
- L'introduction de ces billes CB et CEAB modifie la cinétique d'autocicatrisation. En effet, l'autocicatrisation continue après les 6 premiers mois de conservation pour les mortiers qui contiennent ces billes.
- L'observation au MEB des fissures cicatrisées des mortiers contenant les CB et les CEAB a montré que les produits de cicatrisation sont principalement des carbonates de calcium
- La contribution des billes CB et CEAB est d'activer le mécanisme d'autocicatrisation par carbonatation en fournissant les réactifs nécessaires (ions calcium).
- Les billes de ciment avec agent expansif (CEAB) ont une teneur en portlandite plus importante que celle des billes de ciment.
- Les capacités d'amélioration du potentiel d'autocicatrisation des billes CB et CEAB sont comparables pour la gamme des fissures étudiées.
- La taille des billes n'a pas d'effet important sur leur capacité à améliorer le potentiel d'autocicatrisation.

- Les mortiers avec les plus grands taux d'incorporation de billes de réactifs CB et CEAB ont les épaisseurs apparentes finales de cicatrisation les plus importantes. La différence, en comparaison aux mortiers avec un dosage de 10%, n'est pas très importante et il est possible d'affirmer qu'un taux d'introduction de 10% est suffisant pour maximiser la capacité d'autocicatrisation.
- Les billes de cendres volantes de biomasse (KFAB) avec les deux dosages de 10% et de 30% n'ont pas montré d'effet sur le potentiel d'autocicatrisation.

La contribution principale de cette phase est de mettre en évidence la possibilité de créer des réactifs granulés à base de ciment par le moyen d'une granulation humide. Il serait intéressant, par la suite, d'étudier la possibilité de fabriquer des billes de ciment avec ajout d'autres réactifs capables d'augmenter le potentiel d'autocicatrisation. Ces réactifs peuvent être des cendres volantes de biomasse riches en chaux libre, de la poudre verre... L'utilisation de tels réactifs provenant des produits de recyclage ou des déchets industriels permettra de réduire les coûts des billes.

La deuxième contribution est de démontrer que l'incorporation de billes de ciment ou de billes de ciment avec agent expansif (avec deux classes de tailles de billes possibles) permet d'améliorer considérablement le potentiel d'autocicatrisation.

9.4 Phase IV : Effets de l'ajout de micro-granulats de verre sur le potentiel d'autocicatrisation

Pour cette phase, des micro-granulats de verre sont introduits dans des mortiers dans le but de déclencher la formation d'un gel expansif dans les fissures. Deux approches d'activation des particules de verre dans la matrice cimentaire sont testées. Les conclusions qui ressortent des essais de cette phase sont :

- L'incorporation des micro-granulats de verre dans les mortiers n'améliore pas leur capacité de récupération après la fissuration entre 0 et 12 mois de conservation dans une chambre humide (100% d'humidité relative, 23°C). Les mortiers avec les micro-granulats de verre ont globalement montré des potentiels d'autocicatrisation équivalents au mortier témoin (Control).

- L'observation au MEB des fissures cicatrisées des trois mortiers a confirmé l'absence de toute réactivité des micro-granulats de verre. Dans un mortier ordinaire composé de ciment GU, d'eau et de sable d'Ottawa et conservé dans les conditions choisies pour l'étude (23°C, 100% H.R), la réaction alcali silice des micro-granulats de verre ne se produit pas entre 0 et 12 mois.
- Les deux approches choisies pour activer la réaction alcali-silice des micro-granulats de verre dans les fissures ont, toutes les deux, aboutis à la formation d'un gel expansif dans les fissures combiné à des cristaux de carbonates de calcium et aux aiguilles d'ettringite.
- La formation d'un gel expansif dans les fissures n'a pas permis d'augmenter l'épaisseur apparente de la couche de cicatrisation
- L'immersion dans la solution NaOH avec une concentration de 1mol.^{l-1} a ralenti les processus naturels d'autocicatrisation, notamment la précipitation des carbonates de calcium sur les parois des fissures.
- Les mortiers contenant les micro-granulats de verre immergés dans la solution S[1M] ont présenté un potentiel d'autocicatrisation très faible.
- L'ajout de l'agent expansif (EA) aux mortiers contenant les granulats de verres n'a pas amélioré leur potentiel d'autocicatrisation. En revanche la présence des micro-granulats de verre dans le mortier semble neutraliser l'effet de l'agent expansif (EA) sur la capacité de cicatrisation, notamment entre 6 et 12 mois de conservation.
- Il est possible que la procédure de préparation des échantillons fissurés de mortier pour les mesures de débit d'air dans les fissures qui nécessite à chaque fois un séchage pendant 24 heures à une température de 40°C affecte le gel expansif formé dans les fissures. En effet, en se desséchant, le gel se contracte et son efficacité en termes de colmatage des fissures diminue.

Comme perspectives pour cette phase, il serait intéressant d'examiner l'autocicatrisation des mortiers contenant des micro-granulats de verre avec agent expansif au-delà de 12 mois pour voir si la formation de gel expansif se poursuit et donne une cicatrisation plus efficace des fissures.

ANNEXE A.

CORRÉLATION ENTRE LES MESURES OPTIQUES ET LES VALEURS CALCULÉES DES OUVERTURES INITIALES DES FISSURES

Les résultats des travaux de Argouges et Gagné (2010) ont démontré qu'il existe une relation polynomiale de degré 3 entre le débit et l'ouverture initiale de la fissure ($Q = f(w^3)$). L'équation de cette relation est la suivante :

$$Q = -1 \times 10^{-7} w_a^3 + 0,0003 w_a^2 - 0,0025 w_a$$

Avec :

Q : Débit mesuré expérimentalement (litre/minute)

W_a : Ouverture apparente (μm)

Cette relation a été utilisée pour estimer l'ouverture apparente d'une fissure en cours de cicatrisation. À partir d'un débit mesuré expérimentalement (Q), l'ouverture apparente (W_a) d'une fissure en cours de cicatrisation été calculée. Cette équation n'est valable que pour les conditions spécifiques des essais décrits précédemment dans ce document (longueur de fissure = 50 mm, largeur de fissure = 50 mm, gradient de pression de 50 kPa).

L'ouverture apparente est, en effet, une estimation indirecte de l'ouverture réelle d'une fissure en cours d'autocicatrisation. Cette grandeur est cependant très utile car il n'est généralement pas possible de mesurer l'ouverture réelle d'une fissure en cours d'autocicatrisation.

Le Tableau A.1 présente les mesures optiques et les valeurs calculées à partir des mesures de débit d'air des ouvertures initiales de toutes les fissures qui ont été étudiées tout au long du projet. La mesure optique initiale et celle obtenue à partir de la mesure initiale de débit d'air devraient correspondre exactement. Cependant, la valeur de l'ouverture initiale calculée est influencée par la sensibilité des mesures de débit d'air à la rugosité et à la géométrie souvent irrégulière des surfaces internes des fissures. Également, la valeur de la mesure optique est sensible à la géométrie irrégulière des arêtes des fissures.

Tableau 9A-1. Mesures optiques des ouvertures initiales et valeurs calculées des ouvertures apparentes des fissures.

Échantillon	Mesure optique de l'ouverture initiale, W_o (μm)	Ouverture apparente initiale calculée, W_a (μm)
M485- 28j (1)	193	191
M485- 28j (2)	216	230
M485- 3j (1)	166	162
M485- 3j (2)	225	220
M485- 7j (1)	220	220
M485- 7j (2)	196	202
M350- 3j (1)	194	189
M350- 3j (2)	241	217
M350- 7j (1)	187	180
M350- 7j (2)	243	236
10EA-1	277	293
10EA-2	159	162
10EA-3	227	219
10KFA9-1	215	210
10KFA9-2	159	150
10KFA17-1	227	204
10KFA17-2	144	145
30KFA17-1	197	182
30KFA17-2	154	127
10CB1.25	175	170
30CB1.25	203	202
10CB2.5	194	174

30CB2.5	201	196
10CEAB1.25	175	162
30CEAB1.25	186	166
10CEAB2.5	205	173
30CEAB2.5	197	180
10KFAB	194	175
30KFAB	215	218
MGV160	270	271
MGV160	192	224
MGV315	216	236
MGV315	185	225
MGV630	217	216
MGV630	190	191
Control-S	201	192
Control-S	241	223
MGV160-S	228	234
MGV160-S	216	189
MGV630-S	202	223
MGV630-S	262	224
MGV160-EA	238	215
MGV160-EA	158	159
MGV630-EA	193	223
MGV630-EA	216	249

La Figure A-9-1. Montre la corrélation entre les deux types de mesure de l'ouverture initiale des fissures. La courbe de tendance est la droite ($y=x$). Le coefficient de détermination est de 0.9. Il indique une bonne correspondance entre les deux types de mesure, optique et calculée.

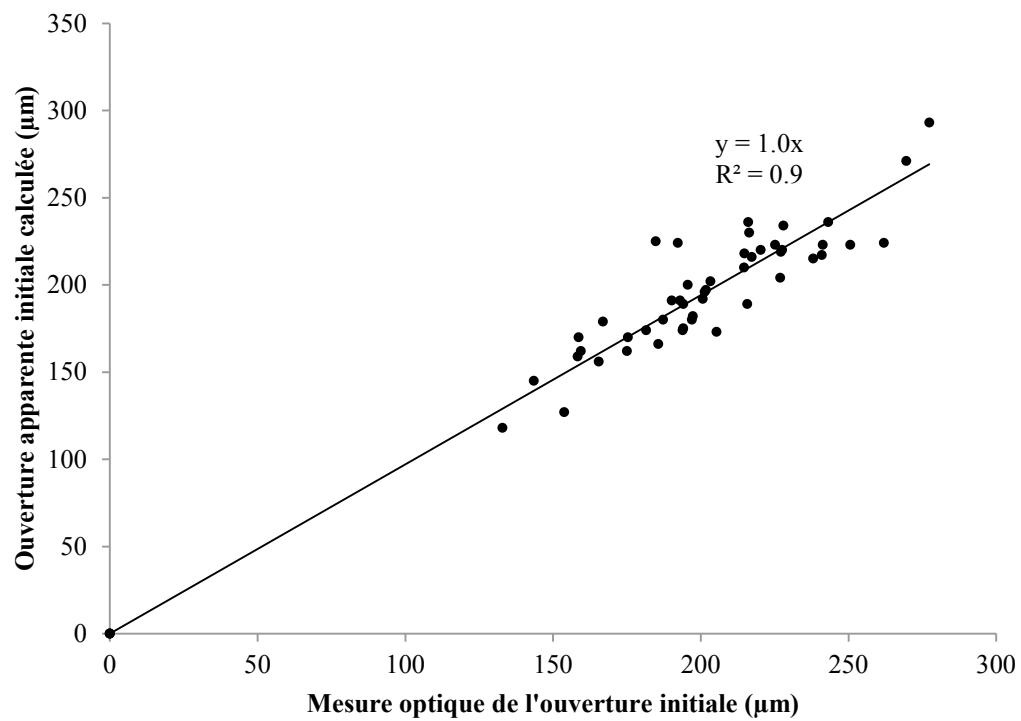


Figure A-1. Corrélation entre les deux types de mesure de l'ouverture initiale des fissures.

BIBLIOGRAPHIE

- Ahn, T. and Kishi, T. (2010) "Crack Self-Healing Behavior of Cementitious Composites Incorporating Various Mineral Admixtures." *Journal of Advanced Concrete Technology* 8(2): 171–86. <http://dx.doi.org/10.3151/jact.8.171>.
- Argouges, M. and Gagné, R. (2010) *Étude Des Mécanismes et de La Cinétique de L'autocicatrisation Dans Des Mortiers Cimentaires Fissurés*. Mémoire de Maitrise, Université de Sherbrooke, Département de Génie Civil, Sherbrooke, Canada, 109 p.
- Ashal, V. (2010) "Microbial Remediation of Defects in Building Materials and Structures." Thèse de Doctorat, Thapar University, Patiala-147004, India, 297 p.
- Barkouti, A. (2013) "Agglomération Humide de Poudres À Réactivité de Surface - Approche Mécanistique de La Morphogenèse de Structures Alimentaires Agglomérées." Thèse de Doctorat, Université Montpellier II Sciences Et Techniques Du Languedoc, Montpellier, France, 189 p.
- Bouillon - Camara, Anne-Laure. (2005) "Extrapolation du procede de granulation humide en melangeur haute vitesse." Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique De Lorraine, Ecole Nationale Supérieure des Industries Chimiques. Lorraine, France, 263 p.
- Brouwers, H J H. (2004) "The Work of Powers and Brownyard Revisited: Part 1." *Cement and Concrete Research* 34(9): 1697–1716. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.05.031>.
- Brouwers, H J H. (2005) "The Work of Powers and Brownyard Revisited: Part 2." *Cement and Concrete Research* 35(10): 1922–36. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.04.009>.
- Castanier, S., Le Métayer-Levrel G. and Perthuisot J. P. (1998) "La Carbonatogenèse Bactérienne", ORSTOM, 1998, p. 197-218. ISBN 2-709-1377-1. Paris, France.
- Colleparidi, M., Borsoi, A., Colleparidi, S. Ogoumah, J-J. and Troli, R. (2005) "Effects of Shrinkage Reducing Admixture in Shrinkage Compensating Concrete under Non-Wet Curing Conditions." *Cement and Concrete Composites* 27(6): 704–8. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.09.020>.

- Desmettre, C. (2011) "Contribution À L'étude de La Perméabilité Du Béton Armé Sous Sollicitations Statiques et Cycliques". Thèse de Doctorat, École Polytechnique De Montréal, Montréal, Canada, 229 p.
- Diamond, S. (1997) "Alkali Silica Reactions — Some Paradoxes." *Alkali Silica Reaction -A Review* 19(5–6): 391–401.
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946597000048>.
- Edvardsen, C. (1999) "Water Permeability and Autogenous Healing of Cracks in Concrete." *ACI Materials Journal* 96(4): 448–54.
- Faubert, J-P. (2008) Influence Des Cendres Volantes Kruger Sur Les Propriétés Du Béton de Ciment. Rapport, Université de Sherbrooke Département de Génie Civil Université de Sherbrooke, Sherbrooke, Canada 24 p.
- Gagne, R. and Argouges, M. 2012. "A Study of the Natural Self-Healing of Mortars Using Air-Flow Measurements." *Materials and Structures* 45(11): 1625–38.
<http://dx.doi.org/10.1617/s11527-012-9861-y>.
- Granger, S., Loukili, A., Pijaudier-Cabot, G., and Chanvillard, G. (2007) "Experimental Characterization of the Self-Healing of Cracks in an Ultra High Performance Cementitious Material: Mechanical Tests and Acoustic Emission Analysis." *Cement and Concrete Research* 37(4): 519–27.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.12.005>.
- Grimal, E. (2007). "Caractérisation des effets du gonflement provoqué par la réaction alcali-silice sur le comportement mécanique d'une structure en béton". Thèse de Doctorat, Université Paul Sabatier - Toulouse, Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions, Toulouse, France, 200 p.
- Gupsos. (2015) "Conception et Réalisation de Matériels Industriels et Themiques Fours et Usines À Plâtre." <http://www.gupsos.com/index.php?m=cms&page=3&l=fr>, page consultée le 15 juin 2015.
- Hall, C., Barnes, P., Billimore, A., Jupe, A., Turrillas, X. (1996) "Thermal Decomposition of Ettringite $\text{Ca}_6[\text{Al}(\text{OH})_6]_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 26\text{H}_2\text{O}$." *Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions* 92: 2125–29. <http://dx.doi.org/10.1039/FT9969202125>.
- Hearn, N. (1998) "Self-Sealing, Autogenous Healing and Continued Hydration: What Is the Difference?" *Materials and Structures/Materiaux et Constructions* 31(212): 563–67.
- Hearn, N. and Morley C-T. (1997) "Self-Sealing Property of Concrete - Experimental Evidence." *Materials and Structures/Materiaux et Constructions* 30(201): 404–11.

- Homma, D., Hirozo M., and Tomoya N. (2009) "Self-Healing Capability of Fibre Reinforced Cementitious Composites." *Journal of Advanced Concrete Technology* 7(2): 217–28. <http://dx.doi.org/10.3151/jact.7.217>.
- Idir, R. (2009) "Mécanismes D'action Des Fines et Des Granulats de Verre Sur La Réaction Alkali-Silice et La Réaction Pouzzolanique". Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions, Toulouse, France, 304 p.
- Idir, R, Cyr, M., and Tagnit-Hamou, A. (2011) "Pozzolanic Properties of Fine and Coarse Color-Mixed Glass Cullet." *Cement and Concrete Composites* 33(1): 19–29. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.09.013>.
- Jacobsen, S., Marchand, J. and Boisvert, L. (1996) "Effect of Cracking and Healing on Chloride Transport in OPC Concrete." *Cement and Concrete Research* 26(6): 869–81. [http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846\(96\)00072-5](http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846(96)00072-5).
- Jacobsen, S., Marchand, J. and Hornain, H. (1995) "SEM Observations of the Microstructure of Frost Deteriorated and Self-Healed Concretes." *Cement and Concrete Research* 25(8): 1781–90. [http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846\(95\)00174-3](http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846(95)00174-3).
- Jacobsen, S., and Sellevold, E. (1996) "Self Healing of High Strength Concrete after Deterioration by Freeze/thaw." *Cement and Concrete Research* 26(1): 55–62. [http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846\(95\)00179-4](http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846(95)00179-4).
- Kan, L-L., and Shi H-S. (2012) "Investigation of Self-Healing Behavior of Engineered Cementitious Composites (ECC) Materials." *Construction and Building Materials* 29: 348–56. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.10.051>.
- Kokaba, V. (2010) "Development and Evaluation of Methods to Follow Microstructural Developments of Cementitious Systems Including Slags. Thèse de Doctorat, École Polytechnique Fédérale De Lausanne, Lausanne, Suisse, 263 p.
- LCPC. (2002) "Caractéristiques Microstructurales et Propriétés Relatives À La Durabilité Des Bétons". LCPC, Paris, France.
- Lessard, M. and Gagné, R. (2009). "Utilisation D'un Agent Expansif Pour Le Contrôle Des Retraits Du Béton." (Séminaire ACI : Les bétons spéciaux de la théorie à la pratique).
- Li, V.C., and Yang, E-H. (2007) "Self-Healing in Concrete Materials." Department of Civil and Environmental Engineering, University of Michigan.
- Meddah, M-S. (2007) "Contractions Volumitriques Des Bétons Aux Ajouts Cimentaires: Influence Des Caractéristiques Du Réseau de Pores." Thèse de Doctorat, Université de Sherbrooke, Département de Génie Civil, Sherbrooke, Canada, 364 p.

- Morandea, A. (2014) "Carbonatation Atmosphérique Des Systèmes Cimentaires À Faible Teneur En Portlandite." Thèse de Doctorat, Université Paris-Est, Paris, France, 236 p.
- Neville, A. (2002) "Atogenous Healing, a Concrete Miracle?" *Concrete international*: 76.
- Petrov, N. and Tagnit-hamou, A. (1999) "Approche Holistique de La Formation Différée de L'ettringite". Sherbrooke (Quebec), Canada.
- Popic, A. (2010) PhD "Influence Des Ajouts Minéraux, Des Granulats Fins, de La Temperature et Du Rapport Eau/liant Sur Le Developpement et Le Controle Du Retrait Endogene Des Matrices Cimentaires" Thèse de Doctorat, University of Sherbrooke, Département de Génie Civil, Sherbrooke, Canada, 531 p.
- Powers, T C, and Brownyard, T.L. (1947) "Studies of Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste." *Cement and Lime Manufacture* 20(5): 90–100.
- Prezzi, M., Monteiro, P. and Sposito, G. (1997) "Alkali-Silica Reaction, Part I: Use of the Double-Layer Theory to Explain the Behavior of Reaction-Product Gels." *ACI Materials Journal* 94(1): 10–17.
- Qian, S., Zhou, J., de Rooij, M R., Schlangen, E., Ye, G. and Van Breugel, K. (2009) "Self-Healing Behavior of Strain Hardening Cementitious Composites Incorporating Local Waste Materials." *Cement and Concrete Composites* 31(9): 613–21. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2009.03.003>.
- Qian, S., Zhou, Z-J. and Schlangen, E. (2010) "Influence of Curing Condition and Precracking Time on the Self-Healing Behavior of Engineered Cementitious Composites." *Cement and Concrete Composites* 32(9): 686–93. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.07.015>.
- Ramachandran, S., Ramakrishnan, V. and Bang, S. (2001) "Remediation of Concrete Using Micro-Organisms." *ACI Materials Journal* 98(1): 3–9.
- Ranaivomanana, H. (2010) "Transferts Dans Les Milieux Poreux Réactifs Non Saturés : Application À La Cicatrisation de Fissure Dans Les Matériaux Cimentaires Par Carbonatation". Thèse de Doctorat, Laboratoire Matériaux et Durabilité des constructions, Université de Toulouse, Toulouse, France, 349 p.
- Reinhardt, H-W., and Jooss, M. (2003) "Permeability and Self-Healing of Cracked Concrete as a Function of Temperature and Crack Width." *Cement and Concrete Research* 33(7): 981–85. [http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)01099-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846(02)01099-2).
- Roby, J. (2011) "Mropriétés de bétons de cendres volantes provenant de l'incinération des boues de désencrage des usines de cogénération." Mémoire de Maitrise, Département de génie civil, Université de Sherbrooke. Sherbrooke, Québec, Canada, 133 p.

- De Rooij, M., Van Tittelboom, K. De Belie, N. and Schlangen, E. (2013) "Self-Healing Phenomena in Cement-Based Materials: State-of-the-Art Report of RILEM Technical Committee 221-SHC: Self-Healing Phenomena in Cement-Based Materials." http://books.google.ca/books?id=1V8_AAAAQBAJ.
- Sahmaran, M., Keskin, S. Ozerkan, G. and Yaman, I. (2008) "Self-Healing of Mechanically-Loaded Self Consolidating Concretes with High Volumes of Fly Ash." *Cement and Concrete Composites* 30(10): 872–79. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.07.001>.
- Khashayar, S. and Guigon. P. (2009) "Mise En Œuvre Des Poudres - Techniques de Granulation Humide et Liants." *Techniques de l'ingénieur J2254*. <http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/biomedical-pharma-th15/mise-en-forme-des-medicaments-42611210/mise-en-uvre-des-poudres-j2254/tambour-rotatif-j2254niv10004.html>.
- Shayan, A., Xu, A., Olasiman, R. and Salamy, R. (2004). Effectiveness of CFRP Wrapping in Confining the Expansion of AAR- Affected Concrete. Vermont South, VIC 3133, Australia.
- Termkhajornkit, P., Nawa, T., Yamashiro, Y. and Saito, T. (2009) "Self-Healing Ability of Fly Ash-Cement Systems." *Cement and Concrete Composites* 31(3): 195–203. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.12.009>.
- Thiery, M. (2005) "Modélisation de La Carbonatation Atmosphérique Des Matériaux Cimentaires. Prise En Comte Des Effets Cinétiques et Des Modifications Microstructurales et Hydriques". LCPC, Paris, France.
- Van Tittelboom, K., Adesanya, K., Dubruel, P., Van Puyvelde, P., De Belie, N. (2011) "Methyl Methacrylate as a Healing Agent for Self-Healing Cementitious Materials." *Smart Materials and Structures* 20(12). <http://dx.doi.org/10.1088/0964-1726/20/12/125016>.
- Van Tittelboom, K., De Belie, N., De Muynck, W. and Verstraete, W. (2010) "Use of Bacteria to Repair Cracks in Concrete." *Cement and Concrete Research* 40(1): 157–66. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.08.025>.
- Tricentris, Centre de tri. 2012. "Tricentris." 2012(09/27).
- Wagner, E. (1974) "Autogenous Healing of Cracks in Cement-Mortar Linings for Gray-Iron an Ductile-Iron Water Pipe ." *Journal / American Water Works Association* 66(6): 358–60.

- Wang, J Y., Snoeck, D., Van Vlierberghe, S., Verstraete, W. and De Belie, N. (2014) "Application of Hydrogel Encapsulated Carbonate Precipitating Bacteria for Approaching a Realistic Self-Healing in Concrete." *Construction and Building Materials* 68: 110–19. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.06.018>.
- Wang, J Y., De Belie, N. and Verstraete, W. (2012) "Diatomaceous Earth as a Protective Vehicle for Bacteria Applied for Self-Healing Concrete." *Journal of industrial microbiology & biotechnology* 39(4): 567–77. <http://dx.doi.org/10.1007/s10295-011-1037-1>.
- Wang, J Y, Van Tittelboom, K., De Belie, N. and W Verstraete. (2012) "Use of Silica Gel or Polyurethane Immobilized Bacteria for Self-Healing Concrete." *Construction & Building Materials* 26(1): 532–40. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.06.054>.
- Wiktor, V. and Jonkers, H. (2011) "Quantification of Crack-Healing in Novel Bacteria-Based Self-Healing Concrete." *Cement and Concrete Composites* 33(7): 763–70. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.03.012>.
- Yang, Z., Hollar, J., He, X. and Shi, X. (2011) "A Self-Healing Cementitious Composite Using Oil Core/silica Gel Shell Microcapsules." *Cement and Concrete Composites* 33(4): 506–12. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.01.010>.
- Zemskov, S., Jonkers, H. and Vermolen, F. (2011) "Two Analytical Models for the Probability Characteristics of a Crack Hitting Encapsulated Particles: Application to Self-Healing Materials." *Computational Materials Science* 50(12): 3323–33. <http://dx.doi.org/10.1016/j.commatsci.2011.06.024>.
- Zhong, W. and Yao, W. (2008) "Influence of Damage Degree on Self-Healing of Concrete." *Construction and Building Materials* 22(6): 1137–42. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.02.006>.
- Zonghui Z., Li, Z., Xu, D. and Yu, J. (2011) "Influence of Slag and Fly Ash on the Self-Healing Ability of Concrete." *Advanced Materials Research* 306-307(pt.2). https://www.engineeringvillage.com/blog/document.url?mid=inspec_10655dd139451489faM7f042061377553&database=ins.